



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ФОСФОРА
И КАЛИЯ ПО МЕТОДУ ЧИРИКОВА
В МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО

ГОСТ 26204—91

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 4—92/358

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Г. А. Терebinкина*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 12.03.92. Подп. в печ. 21.07.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,36.
Тираж 564 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1092

ПОЧВЫ**Определение подвижных соединений фосфора и калия
по методу Чирикова в модификации ЦИНАО****ГОСТ**Soils. Determination of mobile compounds of
phosphorus and potassium by Chiricov method
modified by CINAO**26204—91**

ОКСТУ 4709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений фосфора и калия в черноземах, серых лесных и других почвах, вскрышных и вмещающих породах степной и лесостепной зон.

Стандарт не распространяется на почвенные горизонты, содержащие карбонаты.

Метод основан на извлечении подвижных соединений фосфора и калия из почвы раствором уксусной кислоты концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,5$ моль/дм³ при отношении почвы к раствору 1 : 25 и последующем определении фосфора в виде синего фосфорно-молибденового комплекса на фотоэлектроколориметре и калия — на пламенном фотометре.

Предельные значения относительной погрешности результатов анализа для двусторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ составляют в процентах:

15 — при массовой доле P_2O_5 до 50 млн⁻¹;12 — св. 50 млн⁻¹;15 — при массовой доле K_2O до 100 млн⁻¹;10 — св. 100 млн⁻¹.

Общие требования к проведению анализов — по ГОСТ 29269.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб проводят по ГОСТ 28168, ГОСТ 17.4.3.01 и ГОСТ 17.4.4.02 — в зависимости от целей исследований.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр.

Фотометр пламенный. Допускается использование газовой смеси состава: пропан-бутан-воздух и сетевой газ-воздух.

Ротатор с оборотом на 360° и частотой вращения не менее $30\text{--}40\text{ мин}^{-1}$ или взбалтыватель с возвратно-поступательным движением и частотой колебаний не менее 75 мин^{-1} .

Цилиндр или дозатор для отмеривания 100 см^3 экстрагирующего раствора.

Пипетка или дозатор для отмеривания 5 см^3 проб растворов сравнения и вытяжек.

Цилиндр или дозатор для дозирования 45 см^3 реактива Б.

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 150 см^3 .

Воронки.

Колбы мерные вместимостью 250 см^3 и 1 дм^3 .

Бюретка вместимостью 25 см^3 .

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Кислота аскорбиновая.

Калий сурьмяновиннокислый, ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,1\text{ моль/дм}^3$, титрованный раствор, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор концентраций $c(1/2\text{ H}_2\text{SO}_4)=5\text{ моль/дм}^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Фенолфталеин, индикатор по ТУ 6—09—5360 раствор концентрации 10 г/дм^3 в этаноле.

Спирт этиловый, ректификованный, технический (этанол) по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление экстрагирующего раствора — раствора уксусной кислоты концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH})=0,5\text{ моль/дм}^3$.

Для приготовления 1 дм^3 раствора отмеривают 30 см^3 уксусной кислоты. Отмеренный объем кислоты при перемешивании вливают в воду и доводят объем водой до 1 дм^3 . Точную концентрацию полученного раствора устанавливают титрованием. Для титрования в три конические колбы отбирают по 5 см^3 раствора, приливают по 50 см^3 воды, 2 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH})=0,1\text{ моль/дм}^3$

до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Для вычисления точной концентрации используют среднее арифметическое значение результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора (c), моль/дм³, вычисляют по уравнению

$$c = \frac{c_1 \cdot V}{V_1},$$

где c_1 — концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм³;
 V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;
 V_1 — объем раствора уксусной кислоты, отобранный для титрования, см³.

Допускается использование раствора уксусной кислоты концентрации от 0,49 до 0,51 моль/дм³.

3.2. Приготовление окрашивающего раствора

3.2.1. Приготовление реактива А

(6,0±0,1) г молибденовокислого аммония и (0,15±0,01) г сурьмяновиннокислого калия растворяют соответственно в 200 и 100 см³ воды при слабом нагревании. Охлажденные растворы приливают к 500 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($1/2$ H₂SO₄) = 5 моль/дм³ и доводят объем водой до 1 дм³.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.2.2. Приготовление реактива В

(1,00±0,01) г аскорбиновой кислоты растворяют в 180 см³ реактива А и доводят объем раствора водой до 1 дм³.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление исходного раствора концентрации Р₂О₅ и К₂О 1 г/дм³

(1,918±0,001) г однозамещенного фосфорнокислого калия и (0,532±0,001) г хлористого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и растворяют в экстрагирующем растворе, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

3.4. Приготовление раствора концентрации Р₂О₅ и К₂О 0,1 г/дм³

10 см³ раствора, приготовленного по п. 3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки экстрагирующим раствором.

Раствор хранят не более 3 мес.

3.5. Приготовление серии растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы раствора, приготовленного по п. 3.4. Объемы растворов доводят до метки экстрагирующим раствором.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения						
	1	2	3	4	5	6	7
Объем раствора, приготовленного по п. 3.4, см ³	0	2,5	5,0	10	15	20	25
Концентрация P ₂ O ₅ и K ₂ O в растворах сравнения, г/дм ³	0	0,001	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010
Массовая доля P ₂ O ₅ и K ₂ O в почве, млн ⁻¹	0	25	50	100	150	200	250

Растворы сравнения хранят не более 1 мес.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Пробы почвы массой (4,0±0,1) г помещают в конические колбы или технологические емкости. К пробам приливают по 100 см³ экстрагирующего раствора. Почву с раствором перемешивают в течение 1 ч и оставляют в вертикальном положении на 18—20 ч. Затем суспензии взбалтывают вручную и фильтруют через бумажные фильтры.

4.2. Определение фосфора

В конические колбы или технологические емкости отбирают по 5 см³ растворов сравнения и вытяжек. К пробам прибавляют по 45 см³ реактива Б, приготовленного по п. 3.2.2. Окрашенные растворы фотометрируют не ранее чем через 10 мин после прибавления реактива Б.

Фотометрирование проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 2 см относительно раствора сравнения N 1 при длине волны 710 нм или используя красный светофильтр с максимумом пропускания в области 600—750 нм.

4.3. Определение калия

Калий определяют на пламенном фотометре, используя светофильтр с максимумом пропускания в области 766—770 нм.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание P₂O₅ и K₂O в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 29269.

5.2. Допускаемые относительные отклонения от аттестованного значения стандартного образца для двусторонней доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в табл. 2 и 3.

Таблица 2

Массовая доля P_2O_5 в почве, млн ⁻¹	Допускаемые отклонения, %
До 50	15
Св. 50	12

Таблица 3

Массовая доля K_2O в почве, млн ⁻¹	Допускаемые отклонения, %
До 100	15
Св. 100	10

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением «Союзсельхозхимия»

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. М. Державин, С. Г. Самохвалов (руководитель разработки),
Н. В. Соколова, А. Н. Орлова, В. Н. Сухарева, М. И. Федотова, Ю. В. Соколова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2389

3. Срок проверки — 1996 г.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 26204—84

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 17.4.3.01—83	1
ГОСТ 17.4.4.02—84	1
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 25794.1—83	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 28168—89	1
ГОСТ 29269—91	Вводная часть, п. 5.1
ТУ 6—09—5360—88	2