

**ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ
ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА**

Методы определения подвижных форм фосфора
Peat and products of its processing for agriculture.
Methods for determination of mobile forms
of phosphorus

ГОСТ
27894.5—88

ОКСТУ 0309

**Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000**

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на торф и продукты его переработки для сельского хозяйства и устанавливает методы определения подвижных форм фосфора.

Методы основаны на извлечении подвижных форм фосфора из торфа и торфяной продукции раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм³ и последующем определении в вытяжке фосфора в виде синего фосфорно-молибденового комплекса на фотоэлектроколориметре. В качестве восстановителя фосфорно-молибденового комплекса используют сернокислый гидразин или аскорбиновую кислоту.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли подвижных форм фосфора испытания проводят по методу с использованием аскорбиновой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27894.0.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА С ПОМОЩЬЮ ГИДРАЗИНА СЕРНОКИСЛОГО

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

концентрации $c(\text{HCl}) = 0,2$ моль/дм³ (0,2 н).

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор с массовой долей 2,5 %.

Гидразин сернокислый (сульфат гидразина) по ГОСТ 5841, раствор с массовой долей 1 %.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 105 °С.

Основной образцовый раствор А калия фосфорнокислого.

Рабочий образцовый раствор Б калия фосфорнокислого.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н)*

16,4 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ (или 18,2 см³ плотностью 1,17 г/см³) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, содержащую 500—600 см³ дистиллированной воды, и доводят объем дистиллированной водой до метки.

2.2.2. *Приготовление раствора молибденовокислого аммония $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ с массовой долей 2,5 % в растворе серной кислоты концентрации $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 10$ моль/дм³ (10 н)*

Навеску массой $(12,5 \pm 0,1)$ г аммония молибденовокислого растворяют в 100 см³ подогретой до 50—60 °С дистиллированной воды. К 200 см³ дистиллированной воды добавляют 140 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 0,5 дм³. В нее же, постепенно перемешивая, выливают раствор аммония молибденовокислого, доводят объем до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой или кварцевой посуде не более месяца при температуре от 5 до 10 °С (в холодильнике). Перекристаллизацию молибденовокислого аммония проводят следующим образом: $(200,0 \pm 0,1)$ г сухого реактива растворяют в 300 см³ подогретой до 50—60 °С дистиллированной воды и приливают водный раствор аммиака с массовой долей 25% до появления слабого запаха. Затем горячий раствор фильтруют, быстро охлаждают и оставляют на 18—20 ч, после чего жидкость вновь отфильтровывают, а выпавшие кристаллы высушивают на воздухе между листами фильтровальной бумаги (выход 50—60%).

2.2.3. *Приготовление раствора гидразина сернокислого $(\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4)$ в массовой долей 1%*

Навеску массой $(5,0 \pm 0,1)$ г гидразина сернокислого растворяют в 200 см³ подогретой до 40—50 °С дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем до метки водой.

фосфорнокислого однозамещенного (KH_2PO_4) массовой концентрации $0,1 \text{ мг/см}^3$

Навеску массой ($0,1917 \pm 0,0002$) г однозамещенного фосфата калия растворяют в $500\text{—}600 \text{ см}^3$ дистиллированной воды с несколькими каплями серной кислоты концентрации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ моль/дм}^3$ (5 н) и в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 доводят объем раствора до метки водой. В 1 см^3 раствора А содержится $0,1 \text{ мг P}_2\text{O}_5$.

2.2.5. Приготовление рабочего образцового раствора Б калия фосфорнокислого однозамещенного массовой концентрации $0,01 \text{ мг/см}^3$

Раствор готовят разбавлением основного образцового раствора А дистиллированной водой в 10 раз (в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 см^3 раствора А и доводят объем до метки водой). Рабочий образцовый раствор Б применяют для приготовления шкалы образцовых растворов. В 1 см^3 раствора Б содержится $0,01 \text{ мг P}_2\text{O}_5$. Готовят его непосредственно перед анализом.

2.2.6. Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика

Из раствора Б, приготовленного по п. 2.2.5, готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 наливают из бюретки объем раствора Б, указанный в табл. 1, добавляют 30 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора аммония молибденовокислого с массовой долей $2,5 \%$ в растворе серной кислоты концентрации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 10 \text{ моль/дм}^3$ (10 н), 2 см^3 раствора гидразина сернокислого с массовой долей 1% и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колб после прибавления каждого реактива. Затем колбы опускают в кипящую водяную баню на 15 мин. После охлаждения содержимое колб неоднократно перемешивают и по истечении $1\text{—}2 \text{ ч}$ измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм , используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором.

Контрольный раствор готовят следующим образом: $25\text{—}30 \text{ см}^3$ дистиллированной воды помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , добавляют 5 см^3 раствора аммония молибденовокислого в серной кислоте, затем 2 см^3 раствора гидразина сернокислого и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждого реактива. Колбу опускают в кипящую водяную баню на 15 мин, как описано выше. Контрольный раствор должен иметь желтую окраску, а фосфоросодержащие растворы — от зеленовато-желтой до желто-зеленой. Окраска устойчива в течение 24 ч .

фосфора в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

Т а б л и ц а 1

| Номер колб эталонного раствора | Объем раствора Б, см ³ | Масса Р ₂ О ₅ в 50 см ³ эталонного раствора, мг |
|--------------------------------|-----------------------------------|--|
| 1 | 0,5 | 0,005 |
| 2 | 1,0 | 0,010 |
| 3 | 2,0 | 0,020 |
| 4 | 4,0 | 0,040 |
| 5 | 8,0 | 0,080 |
| 6 | 12,0 | 0,120 |
| 7 | 16,0 | 0,160 |
| 8 | 20,0 | 0,200 |

2.3. Проведение испытания

Навеску массой $(5,00 \pm 0,01)$ г торфяной продукции помещают в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 250 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³, перемешивают и настаивают 18—20 ч. Затем суспензию переносят на бумажный фильтр и фильтруют. Пипеткой отбирают 2—5 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 30 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора аммония молибденовокислого с массовой долей 2,5 % в растворе серной кислоты концентрации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 10$ моль/дм³ (10 н), 2 см³ гидразина сернокислого с массовой долей 1%, тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. Объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой. После перемешивания колбы опускают в кипящую водяную баню на 15 мин. После охлаждения содержимое колб неоднократно перемешивают и через 1—2 ч определяют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре в соответствии с п. 2.2.6.

При получении интенсивно окрашенных растворов необходимо определение фосфора повторить, предварительно разбавив испытуемый раствор (фильтрат) в 5—10 раз дистиллированной водой. При проведении расчетов следует ввести соответствующую поправку на разбавление.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. По результатам измерения оптической плотности растворов, полученных при анализе вытяжек из торфяной продукции, с помощью градуировочного графика находят массовую долю фосфора.

на 100 г торфяной продукции при натуральной влажности вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot K' \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где m — масса фосфора, соответствующая на градуировочном графике отсчету на фотоэлектроколориметре, мг;

250 — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н), приливаемой к навеске исследуемого материала, см³;

K' — поправка на разбавление фильтрата;

V — объем фильтрата, взятый на определение, см³;

m_1 — масса навески торфяной продукции, г.

2.4.2. Массу фосфора в пересчете на P₂O₅ (X_1) в миллиграммах на 100 г сухого вещества вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги в торфяной продукции, %.

2.4.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

мг

| Масса P ₂ O ₅ | Абсолютное допускаемое расхождение | |
|-------------------------------------|--------------------------------------|--|
| | в одной лаборатории (по одной пробе) | в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы) |
| До 100 | 15 | 30 |
| От 100 » 500 | 25 | 50 |
| » 500 » 1000 | 50 | 100 |
| Св. 1000 | 100 | 200 |

2.4.4. Массовую долю фосфора в пересчете на P₂O₅ (X_2) в процентах на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1}{1000}.$$

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА С ПОМОЩЬЮ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Кислота соляная по ГОСТ 3161 плотностью $1,19 \text{ г/см}^3$, р. н. 0,1
концентрации $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью $1,84 \text{ г/см}^3$ и раствор
концентрации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ моль/дм}^3$ (5 н).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 перекристаллизо-
ванный.

Калий сурьмяновиннокислый (антимонилтартрат) по ТУ 6—09
—803.

Кислота аскорбиновая.

Реактив 1.

Реактив 2.

Основной образцовый раствор А калия фосфорнокислого.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Приготовление раствора соляной кислоты концентрации
 $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$ — по п. 2.2.1.

3.2.2. Приготовление раствора серной кислоты концентрации
 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ моль/дм}^3$ (5 н)

140 см^3 серной кислоты плотностью $1,84 \text{ г/см}^3$ вливают в мер-
ную колбу вместимостью 1 дм^3 , содержащую 200 см^3 дистиллиро-
ванной воды, охлаждают до комнатной температуры и доводят
объем до метки водой.

3.2.3. Приготовление реактива 1

Навеску массой $(6,0 \pm 0,1) \text{ г}$ молибденовокислого аммония рас-
творяют в 200 см^3 дистиллированной воды.

Навеску массой $(0,1454 \pm 0,0002) \text{ г}$ сурьмяновиннокислого ка-
лия $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 см^3 дистиллированной
воды.

Оба раствора готовят при слабом нагревании. Охлажденные
растворы добавляют к 500 см^3 раствора серной кислоты концент-
рации $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ моль/дм}^3$ (5 н). Раствор перемешивают и
доводят объем дистиллированной водой до 1 дм^3 . Реактив готовят
заранее и хранят в темной склянке в холодильнике при температу-
ре от 5 до $10 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.2.4. Приготовление реактива 2

Навеску массой $(0,8870 \pm 0,0002) \text{ г}$ аскорбиновой кислоты
($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) растворяют в 169 см^3 реактива 1 и доводят объем дис-
тиллированной водой до 1 дм^3 . Реактив готовят ежедневно.

3.2.5. Приготовление основного образцового раствора А калия
фосфорнокислого однозамещенного (KH_2PO_4) — по п. 2.2.4.

3.2.6. Приготовление шкалы образцовых растворов и построе-
ние градуировочного графика

Из основного образцового раствора А готовят серию рабочих
растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 из
бюретки последовательно наливают объем раствора А, указанный

концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н).

В день проведения анализа из рабочих растворов берут по 2,5 см³ из каждой колбы и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³, добавляют по 47,5 см³ реактива 2 и хорошо перемешивают. Не ранее чем через 10 мин колориметрируют окрашенные растворы с красным светофильтром при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. На основании полученных показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 3, откладывая по оси абсцисс значения массы Р₂О₅ в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

Таблица 3

| Номер колбы эталонного раствора | Объем раствора А, см ³ | Масса Р ₂ О ₅ в 1 см ³ рабочего раствора, мг | Объем рабочего раствора, см ³ | Масса Р ₂ О ₅ в 50 см ³ эталонного раствора, мг |
|---------------------------------|-----------------------------------|---|--|--|
| 1 | 1,0 | 0,002 | 2,5 | 0,0050 |
| 2 | 2,5 | 0,005 | 2,5 | 0,0125 |
| 3 | 5,0 | 0,010 | 2,5 | 0,0250 |
| 4 | 10,0 | 0,020 | 2,5 | 0,0500 |
| 5 | 15,0 | 0,030 | 2,5 | 0,0750 |
| 6 | 20,0 | 0,040 | 2,5 | 0,1000 |
| 7 | 30,0 | 0,060 | 2,5 | 0,1500 |
| 8 | 40,0 | 0,080 | 2,5 | 0,2000 |

3.3. Проведение испытания

Определение фосфора проводят в фильтрах, полученных по п. 2.3. Пипеткой отбирают 2,5 см³ фильтрата, переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³ и приливают 47,5 см³ реактива 2 (раствор молибденовокислого аммония с аскорбиновой кислотой и сурьмяновиннокислым калием). Через 30 мин определяют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре в соответствии с п. 3.2.6. В случае высокой концентрации фосфора в фильтрате необходимо определение его повторить, предварительно разбавив испытуемый фильтрат в 5—10 раз дистиллированной водой. При проведении расчетов следует ввести соответствующую поправку на разбавление.

3.4. Обработка результатов

Обработку результатов проводят в соответствии с п. 2.4.

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством топливной промышленности РСФСР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Кузнецова (руководитель разработки), канд. биол. наук; Б. П. Морозов (руководитель темы); В. Н. Булганина, канд. техн. наук; А. А. Веденина, канд. с.-х. наук; Г. П. Симонина, канд. биол. наук; И. А. Карлина; Л. И. Розанова; В. М. Петрович (руководитель разработки); Н. К. Шорох; О. А. Краснова; Т. В. Агеева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.11.88 № 3771

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта |
|---|-----------------------|
| ГОСТ 3118—77 | 2.1 |
| ГОСТ 3765—78 | 2.1, 3.1 |
| ГОСТ 4198—75 | 2.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.1, 3.1 |
| ГОСТ 5841—74 | 2.1 |
| ГОСТ 12083—78 | 2.1, 3.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 2.1, 3.1 |
| ГОСТ 27894.0—88 | 1 |
| ТУ 6—09—803—86 | 3.1 |