



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ФОСФОРА И
КАЛИЯ ПО МЕТОДУ ЭГНЕРА—РИМА—ДОМИНГО
(АЛ — МЕТОД)

ГОСТ 26208—91

Издание официальное

БЗ 4—92/362

12 р. 30 к.



КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР

Москва

ПОЧВЫ

Определение подвижных соединений фосфора и
калия по методу Эгнера-Рима-Доминго
(АЛ — метод)

Soils. Determination of mobile compounds of
phosphorus and potassium by Egner-Riem-Domingo
method (AL-method)

ГОСТ
26208—91

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает метод определения соединений фосфора и калия в подзолистых, дерново-подзолистых и других почвах, вскрышных и вмещающих породах лесной зоны Прибалтики.

Метод основан на извлечении фосфора и калия из почвы буферным раствором с рН-3,7, содержащим молочную и уксусную кислоты и уксуснокислый аммоний, при отношении почвы к раствору 1:20 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:

- 30 — при массовой доле P_2O_5 в почве до 20 мг/г;
- 20 — св. 20 мг/г;
- 20 — при массовой доле K_2O в почве до 20 мг/г;
- 15 — св. 20 до 50 мг/г;
- 10 — св. 50 мг/г.

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.

pH-метр или иономер с погрешностью измерений не более 0,05 pH.

Ротатор с оборотом на 360° и частотой вращения не менее 30 мин^{-1} , ротатор-взбалтыватель с вращением под углом 45° или встряхиватель с возвратно-поступательным движением и частотой колебаний не менее 75 мин^{-1} .

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 150 см^3 для приготовления вытяжки и фильтрования суспензий.

Воронки.

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

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

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 50 см^3 для окрашивания вытяжек.

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

Бюретка вместимостью 25 см^3 .

Цилиндр или дозатор для отмеривания 20 см^3 воды.

Бюретка или дозатор для отмеривания 3 см^3 реактива Б.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Кислота аскорбиновая.

Калий сурьмяновинноокислый, ч., раствор концентрации 5 г/дм^3 .

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кислота молочная, раствор с массовой долей 40 или 80 %, не содержащая фосфора и калия.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 10 \text{ моль/дм}^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

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

Фенолфталеин, индикатор по ТУ 6—09 5360—88, раствор концентрации 10 г/дм^3 в этаноле.

Вода дистиллированная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление экстрагирующего раствора

3.1.1. Определение концентрации молочной кислоты

5 см³ раствора молочной кислоты с массовой долей 40 или 80 % разбавляют водой в мерной колбе до 100 см³. В три конические колбы отбирают по 5 см³ разбавленного раствора молочной кислоты, прибавляют по 50 см³ воды, 2 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия концентрации c (NaOH) = =0,1 моль/дм³ до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Для вычислений используют среднее арифметическое значение результатов трех титрований. Исходную концентрацию молочной кислоты (c_1), моль/дм³, вычисляют по уравнению

$$c_1 = c_2 \cdot V \cdot 4,$$

где c_2 — концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³;

V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³;

4 — коэффициент, учитывающий разбавление исходного раствора молочной кислоты и объем разбавленного раствора, отобранный для титрования, см³.

3.1.2. Приготовление запасного экстрагирующего раствора

(77,0±0,1) г уксуснокислого аммония растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 175 см³ уксусной кислоты и 1 моль молочной кислоты. Объем исходного раствора молочной кислоты (V), дециметров кубических, содержащий 1 моль вещества, вычисляют по уравнению

$$V = \frac{1}{c},$$

где 1 — количество молей молочной кислоты, необходимое для приготовления 1 дм³ экстрагирующего раствора;

c — концентрация исходного раствора молочной кислоты, установленная титрованием, моль/дм³.

Раствор хранят не более 1 мес.

3.1.3. Приготовление рабочего экстрагирующего раствора

В день проведения анализа запасной экстрагирующий раствор разбавляют водой в 10 раз.

3.2. Приготовление окрашивающего реактива

3.2.1. Приготовление реактива А

(20,0±0,1) г молибденовокислого аммония растворяют в 300 см³ воды при слабом нагревании и охлаждают.

К 450 см³ раствора серной кислоты концентрации c ($1/2$ H₂SO₄) = =10 моль/дм³ прибавляют 100 см³ раствора сурьмяновиннокислого калия концентрации 5 г/дм³.

Приготовленные растворы смешивают и разбавляют водой до 1 дм³.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.2.2. Приготовление реактива Б

(1,50±0,01) г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см³ реактива А, приготовленного по п. 3.2.1.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление раствора с концентрацией P₂O₅ и K₂O 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 воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

3.4. Приготовление раствора с концентрацией P₂O₅ и K₂O 0,1 г/дм³

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

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.5. Приготовление серии растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы раствора, приготовленного по п. 3.4, прибавляют по 10 см³ запасного экстрагирующего раствора, приготовленного по п. 3.1.2, и доводят объем до метки водой.

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	0,0025	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025
Массовая доля P ₂ O ₅ и K ₂ O в почве, млн ⁻¹	0	50	100	200	300	400	500

Растворы готовят в день проведения анализа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Пробы почвы массой (5,0±0,1) г помещают в конические колбы или технологические емкости. К пробам приливают по 100 см³ рабочего экстрагирующего раствора. Почву с раствором перемешивают в течение 4 ч. Затем суспензии фильтруют через двойные бумажные фильтры.

4.2. Определение фосфора

Отбирают по 5 см³ растворов сравнения и фильтратов вытяжек. К пробам прибавляют по 20 см³ воды. Затем прибавляют по 3 см³ реактива Б. Окрашенные растворы фотометрируют не ранее чем через 10 мин после прибавления реактива Б. Фотометрирование проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см относительно раствора сравнения N1 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 красный 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 ₂ O ₅ в почве, мгл ⁻¹	Допускаемые отклонения, %
До 20	30
Св. 20 до 50	20
> 50	15

Таблица 3

Массовая доля K ₂ O в почве, мгл ⁻¹	Допускаемые отклонения, %
До 20	20
Св. 20 до 50	15
> 50	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, К. А. Хабарова,
М. И. Федотова, К. Ю. Матусевичюс, Э. А. Плюпельте

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 26208—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 18300—87	2
ГОСТ 25794.1—83	2
ГОСТ 28168—89	2
ГОСТ 29269—91	Вводная часть, 5.1
ТУ 6—09—5360—88	2

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *А. С. Чермусова*

Сдано в наб. 16.03.92. Подп. к печ. 20.07.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 453 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 5. Зак. 1072