



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. Н. Василенко*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *М. С. Кабацова*

Сдано в наб. 12.03.92 Подп. в печ. 21.07.92. Усл. п. л. 0,8. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,36.
Тираж 564 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопроспектский 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 (CH_3COOH)—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 мг/л;
- 12 — св. 50 мг/л;
- 15 — при массовой доле K_2O до 100 мг/л;
- 10 — св. 100 мг/л.

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 $30-40 \text{ мин}^{-1}$ 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 фосфоринокислый 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 $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ моль/дм}^3$.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

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

Спирт этиловый, ректифицированный, 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 Б

(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 $(4,0 \pm 0,1)$ 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, мг/л	Допускаемые отклонения, %
До 50	15
Св. 50	12

Таблица 3

Массовая доля K_2O в почве, мг/л	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