



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ФОСФОРА И
КАЛИЯ ПО МЕТОДУ ЭГНЕРА-РИМА (ДЛ-МЕТОД)

ГОСТ 26209—91

Издание официальное

Б3 4—92/363

12 р. 30 к.

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

ПОЧВЫ

Определение подвижных соединений фосфора и калия по методу Эгнера-Рима (ДЛ-метод)

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

ГОСТ**26209—91**

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.07.93

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

Метод основан на извлечении фосфора и калия из почвы раствором молочнокислого кальция концентрации $c \left(\frac{1}{2} [\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COO}]_2\text{Ca} \cdot 5\text{H}_2\text{O} \right) = 0,04$ моль/дм³, забуференным раствором соляной кислоты концентрации $c (\text{HCl}) = 5$ моль/дм³ до pH 3,5—3,7, при отношении почвы к раствору 1 : 50 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 50 млн⁻¹;
- 15 — св. 50 млн⁻¹;
- 20 — при массовой доле K_2O в почве до 50 млн⁻¹;
- 15 — св. 50 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.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

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

Фотоэлектроколориметр.

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

Ротатор-взбалтыватель с частотой вращения не менее 30 мин⁻¹ под углом 45°.

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 250 см³ для приготовления вытяжек и фильтрования суспензий.

Воронки.

Цилиндр или дозатор для отмеривания 200 см³ экстрагирующего раствора.

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 50 см³ для окрашивания вытяжек.

Пипетка или дозатор для отмеривания 15 см³ растворов сравнения и фильтратов вытяжек.

Бюretка или дозатор для отмеривания 15 см³ реактива Б.

Колбы мерные вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Кислота аскорбиновая.

Калий сурьмяновинокислый, ч.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Кальций молочнокислый, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(HCl) = 5$ моль/дм³.

Хлороформ.

Вода дистиллированная.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление экстрагирующего раствора

3.1.1. Приготовление запасного экстрагирующего раствора — раствора молочнокислого кальция концентрации $c(^{1/2} [CH_3CH(OH)COO]_2 Ca \cdot 5 H_2O = 0,8$ моль/дм³ с pH = 3,2

(120,0±0,1) г молочнокислого кальция растворяют при нагревании в 700—800 см³ воды. После охлаждения доводят объем раствора до 1 дм³ водой и прибавляют 1—2 капли хлороформа. Раствор должен иметь pH=3,2.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 недели.

3.1.2. Приготовление рабочего экстрагирующего раствора — раствора молочнокислого кальция с $(\frac{1}{2}[CH_3CH(OH)COO]_2Ca \cdot 5 H_2O = 0,04 \text{ моль/дм}^3)$

Для приготовления 1 дм³ раствора отмеривают 50 см³ запасного экстрагирующего раствора и разбавляют водой до 1 дм³. Раствор должен иметь pH = 3,5—3,7.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.2. Приготовление окрашивающего раствора

3.2.1. Приготовление реагента А

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ наливают примерно 500 см³ воды прибавляют 25 см³ серной кислоты и оставляют, не доводя объем до метки.

(2,08±0,01) г молибденовокислого аммония и (0,05±0,001) сурьмяновиннокислого калия растворяют соответственно в 300 и 100 см³ воды при слабом нагревании.

Растворы молибденовокислого аммония и сурьмяновиннокислого калия прибавляют к раствору серной кислоты в мерной колбе и после охлаждения доводят объем до метки водой.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 мес.

3.2.2. Приготовление реагента Б

(1,76±0,01) г аскорбиновой кислоты растворяют в 1 дм³ реагента А. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление раствора с концентрацией P₂O₅ и K₂O 1 г/дм

(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 раствора 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. 3.4, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки водой.

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 5 см³ запасного экстрагирующего раствора и доводят объемы 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	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10
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	50	100	200	300	400	500

Растворы готовят в день проведения анализа.

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 200 см³ рабочего экстрагирующего раствора. Температура экстрагирующего раствора должна быть 18—22 °С. Почву с раствором перемешивают в течение 1,5 ч и оставляют на 18—20 ч.

Для определения фосфора и калия используют прозрачный отстой сусpenзий. Допускается фильтрование сусpenзий.

4.2. Определение фосфора

Отбирают по 15 см³ растворов сравнения и отстоявшихся вытяжек или фильтратов. К пробам прибавляют по 15 см³ реактива Б. Окрашенные растворы фотометрируют не ранее чем через 30 мин после прибавления реактива Б. Фотометрирование проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 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 29262.

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	30
Св. 50	15

Таблица 3

Массовая доля K_2O в почве, млн $^{-1}$	Допускаемые отклонения, %
До 50	20
Св. 50 до 100	15
» 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, К. А. Хабарова, М. И. Федотова, В. Г. Строганов, П. Д. Барбалис, А. А. Скроманис, Г. Ж. Пакалнис, М. Я. Руска, Р. И. Тююр, М. А. Сисаск

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 26209—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 3118—77	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4234—77	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 28168—89	1
ГОСТ 29269—91	Вводная часть, 5.1

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 16.03.92. Подп. в печ. 16.07.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,36.
Тираж 450 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1073