УДК 622.331.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА

Методы определения подвижных форм железа

Peat and products of its processing for agriculture. Methods for determination of mobile forms of iron

ГОСТ 27894.7—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 железа.

Сущность методов заключается в извлечении подвижных соединений двух- и трехвалентного железа из торфа и торфяной продукции раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,2 моль/дм^3 с последующим определением в вытяжке железа на фотоэлектроколориметре с помощью роданида калия (аммония) или с использованием сульфосалициловой кислоты.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли подвижных форм железа испытания проводят по сульфосалициловому методу.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27894.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ ЖЕЛЕЗА С ПОМОЩЬЮ РОДАНИДА КАЛИЯ (ИЛИ АММОНИЯ)

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.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

gost.e-ecolog.ru

Перепечатка воспрещена

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, раствор концентрации 0,2 моль/дм³.

Калий роданистый по ГОСТ 4139 или аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 0,3 %.

Соль Мора по ГОСТ 4208.

Основной образцовый раствор А соли Мора.

Рабочий образцовый раствор Б соли Мора.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление раствора роданистого калия* (KCNS)—*(роданистого аммония* NH_4CHS*) с массовой долей 10 %.*

Навеску массой (100,0±0,1) г калия роданистого (аммония роданистого) растворяют в 900 см³ дистиллированной воды.

2.2.2. *Приготовление раствора азотной кислоты* (HNO_3)

30 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 г/см³ вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 50—60 см³ дистиллированной воды, и доводят объем до метки водой.

2.2.3. *Приготовление раствора калия марганцовокислого с массовой долей 0,3 %*

Навеску массой (3,0±0,1) г $KMnO_4$ растворяют в 1 дм³ прокипяченной и охлажденной дистиллированной воды, после чего раствор выдерживают две недели (лучше готовить из стандарт-титра). Раствор следует хранить в темной посуде.

2.2.4. *Приготовление основного образцового раствора А соли Мора* ($FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$) *массовой концентрации 0,1 мг/см³*

Навеску массой (0,7022±0,0002) г соли Мора растворяют в 500—600 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, подкисляют 1 см³ концентрированной серной кислоты и переводят закисную форму железа в окисную добавлением раствора марганцовокислого калия (до слабо-розовой окраски от прибавления одной капли), после чего доливают дистиллированной водой до метки. Этот раствор содержит 0,1 мг железа (Fe) в 1 см³ (или 0,143 мг Fe_2O_3). Допускают приготовление раствора из стандарт-титра.

2.2.5. *Приготовление рабочего образцового раствора Б соли Мора массовой концентрации 0,01 мг/см³*

Из основного образцового раствора А, приготовленного по п. 2.2.4, отбирают пипеткой 100 см³ и разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1 дм³. В 1 см³ рабочего раствора Б содержится 0,01 мг железа (или 0,0143 мг Fe_2O_3).

2.2.6. *Приготовление шкалы рабочих образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из рабочего раствора Б готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ наливают из бю-

ретки количество раствора, указанное в табл. 1, доливают дистиллированной водой примерно до 80 см³, прибавляют 5 см³ азотной кислоты, 5 см³ роданистого калия, доводят водой до метки, перемешивают. Колориметрирование производят сразу же после перемешивания и заканчивают в течение 15—30 мин.

Измерение оптической плотности растворов производят на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 400—440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 и 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. На основании показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс значения массы железа в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие ей значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

Таблица 1

Номер колбы эталонного раствора	Объем раствора Б, см³	Масса железа (Fe) в 100 см³ эталонного раствора, мг
1	1	0,01
2	2	0,02
3	4	0,04
4	8	0,08
5	16	0,16
6	24	0,24
7	32	0,32

2.3. Проведение испытания

Навеску массой (5,00±0,01) г торфа переносят в колбу вместимостью 500 см³, приливают 250 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н), перемешивают и настаивают 18—20 ч. Суспензию фильтруют через беззольный фильтр, пипеткой отбирают 1—5 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу на 100 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты, хорошо перемешивают и по каплям добавляют раствор марганцовокислого калия с массовой долей 0,3 % до образования неисчезающей слабо-розовой окраски от одной капли раствора $KMnO_4$. Затем раствор разбавляют дистиллированной водой до 80—90 см³, добавляют 5 см³ роданистого калия, доливают дистиллированной водой до метки, перемешивают и определяют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре так же, как при построении градуировочного графика (п. 2.2.6). При получении интенсивной окраски раствора необходимо определение железа повторить, предварительно разбавив испытуемый раствор в 2—5 раз дистиллированной водой. В расчетах следует учесть поправку на разбавление.

Для испытаний можно использовать солянокислый фильтрат, полученный из торфа или продуктов переработки торфа при определении подвижных форм фосфора.

По измеренному значению оптической плотности раствора находят по градуировочному графику массовую долю железа (Fe_2O_3) в миллиграммах.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массу подвижных форм железа в пересчете на оксид железа (X) в миллиграммах на 100 г торфа при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot K' \cdot 1{,}43 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

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

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

K' — поправка на разбавление;

1,43 — коэффициент перевода содержания Fe в Fe_2O_3;

V — объем вытяжки, взятый на определение, см³;

m_1 — масса навески торфа, г.

2.4.2. Массу подвижных форм железа в пересчете на оксид железа (X_1) в миллиграммах на сухое вещество вычисляют по формуле

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

где W — массовая доля влаги в торфе, %.

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 подвижных форм железа (Fe_2O_3)	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
До 100	15	30
От 100 » 200	25	50
» 200 » 500	40	75
Св. 500	60	100

3. СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ ЖЕЛЕЗА

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 4-го класса точности по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота сульфосалициловая двуводная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 25 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Квасцы железоаммонийные

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³ и раствор с массовой долей 5 %.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 5%.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты* ($C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$) *с массовой долей 25 %*

Навеску массой (25,0±0,1) г сульфосалициловой кислоты растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, раствор фильтруют и хранят в темной склянке с притертой пробкой.

3.2.2. *Приготовление раствора натрия гидроксида* (NaOH) *с массовой долей 10 %*

Навеску массой (100,0±0,1) г NaOH помещают в термостойкую колбу или фарфоровый стакан и растворяют в 900 см³ дистиллированной воды при постоянном перемешивании содержимого.

3.2.3. *Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 5%*

29,3 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ приливают к 500—600 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

3.2.4. *Приготовление раствора гидроксиламина солянокислого* ($NH_2OH \cdot HCl$) *с массовой долей 5%*

Навеску массой (5,0±0,1) г гидроксиламина солянокислого растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки водой.

3.2.5. *Приготовление основного образцового раствора А железоаммонийных квасцов* ($FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) *массовой концентрации Fe 0,1 мг/см³*

Навеску массой (0,4318±0,0002) г железоаммонийных квасцов обрабатывают раствором серной кислоты с массовой долей 5% в мерной колбе вместимостью 0,5 дм³, добавляют 1 каплю азотной

кислоты плотностью 1,4 г/см³ и объем раствора доводят до метки раствором серной кислоты с массовой долей 5%.

Раствор А содержит 0,1 мг железа (Fe) в 1 см³ (или 0,143 мг Fe_2O_3).

3.2.6. *Приготовление раствора Б железоаммонийных квасцов массовой концентрации Fe 0,01 мг/см³*

Из раствора А, приготовленного по п. 3.2.5, отбирают пипеткой 100 см³ и разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1 дм³.

В 1 см³ рабочего раствора Б содержится 0,01 мг железа (или 0,0143 мг Fe_2O_3).

3.2.7. *Приготовление шкалы рабочих образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из раствора Б готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ наливают из бюретки количество растворов, указанное в табл. 1, в каждую колбу прибавляют по 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 25%, добавляют по каплям раствор водного аммиака с массовой долей 25% до слабого запаха или раствор гидроксида натрия с массовой долей 10% до неизменяющейся желтой окраски, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Измерение оптической плотности растворов производят на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 400—440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 и 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. На основании отсчетов прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие ей значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

3.3. Проведение испытания

Навеску массой (5,00±0,01) г торфа переносят в колбу вместимостью 500 см³, приливают 250 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н), перемешивают и настаивают 18—20 ч. Суспензию фильтруют через беззольный фильтр, пипеткой отбирают 1—20 см³ фильтрата (в зависимости от ожидаемого количества железа), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 25%, 5 капель солянокислого гидроксиламина с массовой долей 5% и по каплям раствор водного аммиака с массовой долей 25% или раствор гидроксида натрия с массовой долей 10% до получения устойчивой желтой окраски, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой, перемешивают и определяют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре согласно п. 3.2.7.

Для испытаний можно использовать солянокислый фильтрат, полученный из торфа или продуктов переработки торфа при определении подвижных форм фосфора.

3.4. Обработка результатов

Обработку результатов производят в соответствии с п. 2.4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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. Симонова**, канд. биол. наук; **И. А. Карлина**; **Л. И. Розанова**; **В. М. Петрович** (руководитель разработки); **Т. В. Агеева**; **Н. К. Шорох**; **О. А. Краснова**

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 3760—79	3.1
ГОСТ 4039—75	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4208—72	2.1
ГОСТ 4328—77	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4478—78	3.1
ГОСТ 5456—79	3.1
ГОСТ 12083—78	2.1, 3.1
ГОСТ 20490—75	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 3.1
ГОСТ 27067—86	2.1
ГОСТ 27894.0—88	1

gost.e-ecolog.ru