к ГОСТ 26487—85 Почвы. Определение обменного кальция и обменного (подвижного) магния методами ЦИНАО

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 1.3.1 Пункт 3.3.4	20 мг/дм^3 Прибавляют 12 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида 5 %, 25 см^3 разбавленного 1:4 триэтаноламина, 5 см^3 раствора поливинилового спирта или 50 см^3 раствора желатина	20 мг/см^3 Прибавляют 12 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, 25 см^3 разбавленного 1:4 триэтаноламина, 5 см^3 раствора поливинилового спирта или 10 см^3 раствора желатина и 50 см^3 раствора титанового желтого

(ИУС № 8 1986 г.)

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.42:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение обменного кальция и обменного (подвижного) магния методами ЦИНАО

Soils. Determination of exchangeable calcium and exchangeable (mobile) magnesium by CINAO methods

ГОСТ 26487—85

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 820 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения обменного кальция и обменного (подвижного) магния в почвах, вскрышных и вмещающих породах при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на анализ проб карбонатных, загипсованных и засоленных горизонтов почв.

Суммарная относительная погрешность составляет:

для атомно-абсорбционного и комплексонометрического методов определения кальция:

17% — для количества эквивалентов кальция до 1 ммоль в 100 г почвы, 9% — св. 1 до 5 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 5 ммоль в 100 г почвы;

для атомно-абсорбционного и комплексонометрического методов определения магния:

20% — для количества эквивалентов магния до 0,2 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 0,2 до 2 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 2 ммоль в 100 г почвы;

для фотометрического метода определения магния:

10% — для количества эквивалентов магния до 5 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 5 ммоль в 100 г почвы.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

1. АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Сущность метода заключается в извлечении обменного кальция и обменного (подвижного) магния из почвы раствором хлористого калия и последующем измерении поглощения света свободными атомами определяемых элементов, образующимися в пламени при введении в него анализируемого раствора. Для устранения влияния сопутствующих элементов, образующих с кальцием или магнием труднодиссоциируемые в пламени соединения, в атомизируемые растворы вводят избыток стронция.

Определение кальция проводят по аналитической линии 422,7 нм, магния — 285,2 нм.

1.1. Метод отбора проб

1.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с лампами с полым катодом для определения кальция и магния (допускается использование газовой смеси состава пропан—бутан—воздух и ацетилен—воздух);

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

стаканы химические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., концентрированную и раствор с массовой долей 25%;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации с (KCl) = 1 моль/дм³ (1 н.);

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.;

окись магния по ГОСТ 4526—75, ч.д.а.;

стронций 6-водный хлористый по ГОСТ 4140—74, ч.д.а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. Приготовление запасного раствора стронция массовой концентрации 20 мг/дм³

60,8 г 6-водного хлористого стронция, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 600 см³ дистиллированной воды, приливают 250 см³ концентрированной соляной кислоты, дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 см³ и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

1.3.2. Приготовление рабочего раствора стронция

1 объем запасного раствора хлористого стронция смешивают с 8 объемами дистиллированной воды.

Раствор готовят в день проведения анализа.

1.3.3. Приготовление раствора кальция концентрации с ($^1/_2$ Ca^{2+}) = 0,6 моль/дм^3 (0,6 н.)

30,02 г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105°С, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 120 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и после полного растворения навески приливают 500 см^3 дистиллированной воды. В раствор добавляют 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

1.3.4. Приготовление раствора магния концентрации с ($^1/_2$ Mg^{2+}) = 0,2 моль/дм^3 (0,2 н.)

4,031 г окиси магния, прокаленной до постоянной массы при температуре 500°С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 80 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и после полного растворения навески приливают 500 см^3 дистиллированной воды. Добавляют в раствор 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

Допускается приготовление растворов по пп. 1.3.3 и 1.3.4 в общей мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Масса хлористого калия, добавляемого в раствор, должна при этом составлять 75 г.

1.3.5. Приготовление раствора кальция концентрации с ($^1/_2$ Ca^{2+}) = 0,15 моль/дм^3 (0,15 н.)

250 см^3 раствора, приготовленного по п. 1.3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм^3 доводят объем до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

1.3.6. Приготовление раствора магния концентрации с ($^1/_2$ Mg^{2+}) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.)

250 см³ раствора, приготовленного по п. 1.3.4, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³ доводят объем до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

Допускается приготовление растворов по пп. 1.3.5 и 1.3.6 в общей мерной колбе вместимостью 1000 см³.

1.3.7. Приготовление растворов сравнения

1.3.7.1. *Приготовление растворов сравнения для анализа проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, а также легких по механическому составу*

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы растворов, приготовленных по пп. 1.3.5 и 1.3.6. Объемы растворов в колбах доводят до метки раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³ и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем растворов, приготовленных по пп. 1.3.5 и 1.3.6, см³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация кальция с ($^1/_2$ Ca^{2+}):								
в растворе сравнения, ммоль/дм³	0	1,2	2,4	4,8	7,2	9,6	12,0	14,4
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	0,3	0,6	1,2	1,8	2,4	3,0	3,6
Концентрация магния с ($^1/_2$ Mg^{2+}):								
в растворе сравнения, ммоль/дм³	0	0,4	0,8	1,6	2,4	3,2	4,0	4,8
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2

1.3.7.2. *Приготовление растворов сравнения для анализа проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями*

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в табл. 2 объемы растворов, приготовленных по пп. 1.3.3 и 1.3.4. Объемы растворов в колбах доводят до метки раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³.

Растворы сравнения для определения кальция и магния допускается готовить в общих колбах и раздельно.

Растворы сравнения, приготовленные по пп. 1.3.7.1 и 1.3.7.2, используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрофотометра в день проведения анализа.

1.4. **Проведение анализа**

1.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Таблица 2

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем растворов, приготовленных по пп. 1.3.3 и 1.3.4, $см^3$	0	5	10	20	30	40	50	60
Концентрация кальция с ($^1/_2$ Ca^{2+}):								
в растворе сравнения, $ммоль/дм^3$	0	12	24	48	72	96	120	144
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	3	6	12	18	24	30	36
Концентрация магния с ($^1/_2$ Mg^{2+}):								
в растворе сравнения, $ммоль/дм^3$	0	4	8	16	24	32	40	48
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	1	2	4	6	8	10	12

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26483—85.

1.4.2. Определение кальция и магния с использованием газовой смеси состава пропан—бутан—воздух

При анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, в химические стаканы отбирают по 5 $см^3$ фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.1, и приливают по 50 $см^3$ рабочего раствора стронция.

При анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями, в химические стаканы дозатором или пипеткой отбирают по 2 $см^3$ фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.2, и приливают по 50 $см^3$ рабочего раствора стронция.

Полученные растворы вводят в пламя и измеряют поглощение света по аналитической линии 422,7 нм при определении кальция и по аналитической линии 285,2 нм при определении магния.

При определении магния наконечник горелки устанавливают под углом 30° к лучу от лампы с полым катодом.

1.4.3. Определение кальция и магния с использованием газовой смеси состава ацетилен—воздух

При анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, отбирают по 1 $см^3$ фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.1, и приливают по 50 $см^3$ рабочего раствора стронция.

При анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями, отбирают по 0,2 $см^3$ фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.2, и приливают по 50 $см^3$ рабочего раствора стронция.

Полученные растворы вводят в пламя и измеряют поглощение света по аналитической линии 422,7 нм при определении кальция и 285,2 нм при определении магния.

Допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и рабочего раствора хлористого стронция при погрешности дозирования не более 1%.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации кальция или магния в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания атомно-абсорбционного спектрофотометра.

Количество эквивалентов кальция или магния в анализируемой почве находят непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм^3. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения кальция или магния.

Результат анализа выражают в миллимолях в 100 г почвы с округлением до первого десятичного знака.

При проведении массовых анализов вместо построения градуировочного графика допускается градуирование шкалы прибора по растворам сравнения в день проведения анализа.

1.5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют:

25% — для количества эквивалентов кальция до 1 ммоль в 100 г почвы, 12,5% — св. 1 до 5 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 5 ммоль в 100 г почвы;

30% — для количества эквивалентов магния до 0,2 ммоль в 100 г почвы, 15% — св. 0,2 до 2 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 2 ммоль в 100 г почвы.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Сущность метода заключается в титровании кальция трилоном Б при pH 12,5—13,0 с использованием в качестве индикатора хрома кислотного темно-синего или мурексида и магния при pH около 10 с использованием в качестве индикатора хрома кислотного темно-синего.

Метод не пригоден для определения кальция и магния с хромом кислотным темно-синим в вытяжках с pH ниже 4,5.

2.1. **Метод отбора проб**

2.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

2.2. **Аппаратура, материалы и реактивы**

2.2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

мешалку магнитную;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

стаканы химические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

аммиак водный по ГОСТ 3769—79, ч.д.а.;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, ч.д.а.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации 2 моль/$дм^3$;

гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а., раствор массовой концентрации 50 г/$дм^3$;

натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, ч.д.а.;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.;

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты двуводную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, ч.д.а. или стандарт-титр, с ($^1/_2$ Na_2 ЭДТА) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.);

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., разбавленную дистиллированной водой 1 : 1 и 1 : 4;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а.;

спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 18300—72, разбавленный дистиллированной водой 1 : 4;

хром кислотный темно-синий, индикатор;

мурексид, индикатор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

2.3. **Подготовка к анализу**

2.3.1. Приготовление раствора кальция концентрации с ($^1/_2$ Ca^{2+}) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н.)

2,502 г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105 °С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1 дистиллированной водой. После полного растворения навески дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

2.3.2. Приготовление раствора магния концентрации с ($^1/_2$ Mg^{2+}) = 0,025 моль/$дм^3$ (0,025 н.)

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,504 г окиси магния, прокаленной до постоянной массы при температуре 500 °С и взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, и приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 1 : 1. После полного растворения навески дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

2.3.3. Приготовление хлоридно-аммиачного буферного раствора

20 г хлористого аммония растворяют примерно в 500 см³ дистиллированной воды, приливают 100 см³ водного аммиака и дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 см³.

2.3.4. Приготовление раствора хрома кислотного темно-синего с массовой концентрацией 5 мг/см³

0,5 г хрома кислотного темно-синего взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ хлоридно-аммиачного буферного раствора и доводят объем до метки этиловым спиртом, разбавленным 1 : 4 дистиллированной водой.

Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой не более 6 мес.

2.3.5. Приготовление раствора трилона Б концентрации с ($^1/_2$ Na_2 ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.)

9,3 г трилона Б взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Точную концентрацию раствора устанавливают титрованием. Для этого в химический стакан отбирают по 5 см³ раствора кальция и раствора магния, приготовленных по пп. 2.3.1 и 2.3.2. Стакан помещают на магнитную мешалку и при перемешивании добавляют 50 см³ дистиллированной воды, 0,5 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 2 см³ раствора гидроокиси натрия, несколько кристаллов диэтилдитиокарбамата натрия, 2—3 капли раствора хрома кислотного темно-синего и титруют кальций до перехода розовой окраски в сиреневую. Затем нейтрализуют оттитрованный раствор соляной кислотой, разбавленной 1 : 4 дистиллированной водой до исходной розовой окраски, стараясь, чтобы избыток кислоты не превышал 1—2 капель. Прибавляют 5 см³ хлоридно-аммиачного буферного раствора и титруют магний раствором трилона Б до перехода розовой окраски в синюю.

Аналогично титруют холостую пробу. При отсутствии магнитной мешалки титрование проводят в конической колбе, титруемый раствор перемешивают вручную.

Если трилон Б используют только для определения кальция, концентрацию устанавливают по раствору кальция. В качестве индикатора используют хром кислотный темно-синий или мурексид.

Точную концентрацию раствора трилона Б с ($^1/_2$ Na_2 ЭДТА) по кальцию или магнию (X) в моль/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot 5}{V - V_0},$$

где c — концентрация раствора кальция с ($^1/_2$ Ca^{2+}) или магния с ($^1/_2$ Mg^{2+}), моль/дм^3;

5 — объем раствора кальция или магния, взятый для титрования, см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора кальция или магния, см^3;

V_0 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3.

Допускается приготовление раствора трилона Б из стандарт-титра с ($^1/_2$ Na_2 ЭДТА) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.)

2.4. **Проведение анализа**

2.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26483—85.

2.4.2. Определение кальция

В химический стакан или коническую колбу отбирают 5 см^3 фильтрата при анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями, или 10 см^3 фильтрата при анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями. Пробу разбавляют дистиллированной водой примерно до объема 50 см^3 и прибавляют при непрерывном перемешивании 0,5 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида, 2 см^3 раствора гидроокиси натрия, несколько кристаллов диэтилдитиокарбамата натрия, 2—3 капли раствора хрома кислотного темно-синего или 10—15 мг смеси мурексида с хлористым калием и титруют кальций раствором трилона Б до перехода розовой окраски в сиреневую. Аналогично титруют холостую пробу. По окончании титрования регистрируют расход трилона Б по бюретке.

2.4.3. Определение магния

После титрования кальция в присутствии хрома кислотного темно-синего оттитрованный раствор подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1 : 4 дистиллированной водой, до перехода к исходной розовой окраске, стараясь, чтобы избыток кислоты не превышал 1—2 капель. Прибавляют 5 см^3 хлоридно-аммиачного буферного раствора и титруют магний раствором трилона Б до перехода окраски от розовой к синей. Аналогично титруют холостую пробу.

2.5. **Обработка результатов**

2.5.1. Количество эквивалентов кальция или магния в анализируемой почве (X) в миллимолях в 100 г почвы вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot c \cdot 250}{V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция или магния в пробе вытяжки, см³;

V_0 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция или магния в холостой пробе, см³;

c — концентрация раствора трилона Б с ($^1/_2$ Na_2 ЭДТА) по кальцию или магнию, ммоль/см³;

250 — коэффициент пересчета на 100 г почвы, см³;

V_1 — объем пробы вытяжки, взятый для титрования, см³.

2.5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ составляют:

25% для количества эквивалентов кальция до 1 ммоль в 100 г почвы, 12,5% — св. 1 до 5 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 5 ммоль в 100 г почвы;

30% для количества эквивалентов магния до 0,2 ммоль в 100 г почвы, 15% — св. 0,2 до 2 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 2 ммоль в 100 г почвы.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАГНИЯ

Сущность метода заключается в извлечении обменного (подвижного) магния из почвы раствором хлористого калия, получении окрашенного соединения магния с титановым желтым в щелочной среде и последующем фотометрировании окрашенных растворов. Для устранения влияния сопутствующих элементов используется триэтаноламин. Коагуляцию окрашенного соединения магния предотвращают с помощью поливинилового спирта или желатина.

3.1. **Метод отбора проб**

3.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

3.2. **Аппаратура, материалы и реактивы**

3.2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 25%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4526—75, ч.д.а., раствор концентрации с (NaOH) = 2 моль/дм³ (2 н.);

гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а., раствор массовой концентрации 50 г/дм³;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.;

окись магния по ГОСТ 4526—75, ч.д.а.;

спирт поливиниловый или желатин;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а.;

триэтаноламин, разбавленный дистиллированной водой 1 : 4;

титановый желтый, индикатор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

3.3. **Подготовка к анализу**

3.3.1. Приготовление раствора титанового желтого массовой концентрации 0,5 г/дм³

0,5 г титанового желтого, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой в холодильнике не более недели.

3.3.2. Приготовление раствора поливинилового спирта массовой концентрации 20 г/дм³

В коническую колбу вместимостью 1000 см³ помещают 20 г поливинилового спирта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, приливают 1000 см³ дистиллированной воды, закрывают колбу резиновой пробкой с клапаном Бунзена и нагревают на водяной бане при периодическом помешивании до полного растворения поливинилового спирта. Если раствор получается мутным, его фильтруют через бумажный фильтр.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 мес. При появлении мути раствор следует профильтровать.

Допускается вместо раствора поливинилового спирта использовать раствор желатина массовой концентрации 5 г/дм³, приготовленный в день проведения анализа.

3.3.3. Приготовление раствора кальция концентрации с ($^1/_2$ Ca^{2+}) = 0,6 моль/дм³ (0,6 н.)

Готовят по п. 1.3.3.

3.3.4. Приготовление окрашивающего раствора

В мерную колбу помещают 8,5 см³ раствора хлористого кальция концентрации с ($^1/_2$ Ca^{2+}) = 0,6 моль/дм³ и разбавляют примерно до 600 см³ дистиллированной водой. Прибавляют 12 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида 5%, 25 см³ разбавленного 1 : 4 триэтаноламина, 5 см³ раствора поливинилового спирта или 50 см³ раствора желатина. Раствор тщательно перемешивают после прибавления каждого реактива. Объем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3.5. Приготовление раствора магния концентрации с ($^1/_2$ Mg^{2+}) = 0,2 моль/дм³ (0,2 н.)

Готовят по п. 1.3.4.

3.3.6. Приготовление раствора магния концентрации с ($^1/_2$ Mg^{2+}) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.)

Готовят по п. 1.3.6.

3.3.7. Приготовление растворов сравнения

Готовят по пп. 1.3.7.1 и 1.3.7.2.

3.4. **Проведение анализа**

3.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26483—85.

3.4.2. Определение магния

В конические колбы отбирают по 2 см³ фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.1 при анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, и по 0,2 см³ фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.2 при анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями. К пробам прибавляют по 40 см³ окрашивающего реактива и перемешивают растворы. Затем при непрерывном перемешивании приливают по 4 см³ раствора гидроокиси натрия.

Окрашенные растворы не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 1 ч после прибавления раствора гидроокиси натрия фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 3 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 545 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 520—560 нм.

3.5. **Обработка результатов**

3.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации магния в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора.

Количество эквивалентов магния в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение пов-

торяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения магния. Результат выражают в миллимолях в 100 г почвы с округлением до второго десятичного знака при содержании магния до 10 ммоль в 100 г почвы и до первого десятичного знака при содержании магния свыше 10 ммоль в 100 г почвы.

3.5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют 15% для количества эквивалентов магния до 5 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 5 ммоль в 100 г почвы.

gost.e-ecolog.ru