УДК 631.4:546.711.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение обменного марганца методами ЦИНАО

Soils. Determination of exchangeable manganese by CINAO methods

ГОСТ 26486—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 марганца в почвах, вскрышных и вмещающих породах при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Суммарная относительная погрешность для фотометрического и атомно-абсорбционного методов составляет 15% при массовой доле марганца в почве до 7 млн$^{-1}$, 10% — св. 7 млн$^{-1}$.

1. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБМЕННОГО МАРГАНЦА

Сущность метода заключается в извлечении обменного марганца из почвы раствором хлористого калия, получении окрашенного комплекса марганца с формальдоксимом и последующем фотометрировании окрашенного раствора. Влияние сопутствующих элементов устраняют гидроксиламином гидрохлоридом и трилоном Б.

1.1. **Метод отбора проб**

1.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

1.2. **Аппаратура, материалы и реактивы**

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;

электроплитку;

gost.e-ecolog.ru

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

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., разбавленную дистиллированной водой 1 : 4;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч.д.а., разбавленный дистиллированной водой 1 : 40;

гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а.;

калий марганцовокислый, стандарт-титр с ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

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

натрий сернистокислый по ГОСТ 429—76, ч.д.а., раствор массовой концентрации 100 г/дм³;

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, х.ч. или ч.д.а.;

формалин;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

1.3. **Подготовка к анализу**

1.3.1. Приготовление раствора формальдоксима

20 г гидроксиламина гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, прибавляют 10 см³ формалина и дистиллированной водой доводят объем раствора до 500 см³.

Раствор готовят в день проведения анализа.

1.3.2. Приготовление раствора гидроксиламина гидрохлорида массовой концентрации 100 г/дм³

Раствор готовят из расчета 100 г гидроксиламина гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, на 1000 см³ раствора.

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

1.3.3. Приготовление раствора трилона Б

Раствор готовят из расчета 18,6 г трилона Б, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г на 1000 см³ раствора.

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

1.3.4. Приготовление маскирующего раствора

1000 см³ раствора трилона Б, приготовленного по п. 1.3.3, смешивают с 500 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, приготовленного по п. 1.3.2.

Раствор готовят в день проведения анализа.

1.3.5. Приготовление раствора марганца массовой концентрации 1,1 мг/см³

Содержимое одной ампулы стандарт-титра для приготовления раствора марганцовокислого калия помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³, приливают примерно 500 см³ дистиллированной воды и 50 см³ разбавленной 1 : 4 серной кислоты. Раствор нагревают до температуры 40—50°С, перемешивают стеклянной палочкой до растворения навески и обесцвечивают, прибавляя по каплям раствор сернистокислого натрия. Обесцвеченный раствор кипятят до исчезновения запаха сернистого газа и растворяют в нем 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и дистиллированной водой доводят объем до метки.

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

1.3.6. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 1.3.5, и раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³ доводят объемы до меток.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 1.3.5, см³	0	1	2	4	6	8	10	12
Концентрация марганца: в растворе сравнения, мг/дм³	0	4,4	8,8	17,6	26,4	35,2	44,0	52,8
в пересчете на массовую долю в почве, млн⁻¹	0	11	22	44	66	88	110	132

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа. Окрашивание растворов сравнения проводят аналогично окрашиванию анализируемых вытяжек и одновременно с ними.

1.4. **Проведение анализа**

1.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

1.4.2. Определение марганца

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 5 см³ фильтратов вытяжек и растворов сравнения. К пробам прибавляют по 2 см³ раствора формальдоксима, по 20 см³ водного аммиака, разбавленного дистиллированной водой 1 : 40, и перемешивают. Через 2—5 мин прибавляют по 5 см³ маскирующего раствора и перемешивают. Окрашенные растворы не ранее чем

через 10 мин и не позднее чем через 30 мин после прибавления маскирующего раствора фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 490 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 450—500 нм.

Допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и растворов реагентов 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 марганца в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве (млн$^{-1}$), а по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра. Массовую долю обменного марганца в анализируемой почве определяют 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 марганца.

Результат анализа выражают в миллионных долях (млн$^{-1}$) с округлением до целых.

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% при массовой доле марганца в почве до 7 млн$^{-1}$, 15% — св. 7 млн$^{-1}$.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБМЕННОГО МАРГАНЦА

Сущность метода заключается в извлечении обменного марганца из почвы раствором хлористого калия и последующем измерении поглощения света свободными атомами марганца, образующимися в пламени при введении в него анализируемого раствора. При использовании газовой смеси состава пропан—бутан—воздух для устранения влияния сопутствующих элементов, образующих с марганцем труднодиссоциируемые соединения, в атомизируемые растворы вводят избыток стронция.

2.1. **Метод отбора проб**

2.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

2.2. **Аппаратура, материалы и реактивы**

Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с лампой с полым катодом для определения марганца (допустимо 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 цилиндры 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

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

калий марганцовокислый, стандарт-титр с ($^1/_5$ $KMnO_4$) = =0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.);

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а.;

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

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

2.3. **Подготовка к анализу**

2.3.1. Приготовление запасного раствора стронция массовой концентрации 20 мг/$см^3$

60,8 г 6-водного хлористого стронция, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 600 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 164 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 $см^3$ и тщательно перемешивают.

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

2.3.2. Приготовление рабочего раствора стронция

1 объем раствора, приготовленного по п. 2.3.1, смешивают с 8 объемами дистиллированной воды.

Раствор готовят в день проведения анализа.

2.3.3. Приготовление растворов сравнения

Растворы сравнения готовят по пп. 1.3.5—1.3.6.

Растворы сравнения используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрофотометра в день проведения анализа.

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 марганца с использованием газовой смеси состава пропан—бутан—воздух

В технологические емкости или конические колбы отбирают

по 5 см³ фильтратов и растворов сравнения. К пробам приливают по 25 см³ рабочего раствора хлористого стронция, приготовленного по п. 2.3.2. Разбавленные растворы вводят в пламя и измеряют поглощение света при длине волны 279,5 нм.

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

2.4.3. Определение марганца с использованием газовой смеси состава ацетилен—воздух

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 1 см³ фильтратов и растворов сравнения. К пробам приливают по 25 см³ дистиллированной воды. Разбавленные растворы фотометрируют при длине волны 279,5 нм.

Допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и дистиллированной воды при погрешности дозирования не более 1%.

2.5. **Обработка результатов**

2.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации марганца в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве (млн$^{-1}$), а по оси ординат—соответствующие им показания атомно-абсорбционного спектрофотометра. Массовую долю обменного марганца в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из нее результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, 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 марганца.

Результат анализа выражают в миллионных долях (млн$^{-1}$) с округлением до целых.

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

2.5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют 25% при массовой доле марганца в почве до 7 млн$^{-1}$, 15% — св. 7 млн$^{-1}$.

gost.e-ecolog.ru