УДК 622.331.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА

Метод определения обменного кальция и обменного магния

Peat and products of its processing for agriculture. Method for determination of exchangeable calcium and magnesium

ГОСТ 27894.10—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 метод определения обменного кальция и обменного (подвижного) магния.

Метод основан на извлечении обменного кальция и обменного (подвижного) магния из торфа и торфяной продукции раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н) с последующим титрованием суммы кальция и магния при pH ~ 10 в присутствии индикатора хром кислотного темно-синего, а затем кальция при pH 12,5—13,0 в присутствии металлоиндикатора флуорексона (кальцеина) или мурексида. Мешающие элементы маскируют триэтаноламином.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27894.0.

2. 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.

Соль динатриевая этилендиамин-*N, N, N′, N′*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации *c* ($^1/_2Na_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н), приготовленный по ГОСТ 10398.

gost.e-ecolog.ru

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 1%

Калий хлористый по ГОСТ 4234 или натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 20%.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, раствор с массовой долей 25% и раствор концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н).

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864 или натрия сульфид по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 2%.

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

Триэтаноламин технический, разбавленный дистиллированной водой в соотношении 1:3.

Мурексид (индикатор), приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Флуорексон (кальцеин), динатриевая соль (индикатор).

Хром кислотный темно-синий (индикатор).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора трилона Б ($C_{10}H_{14}O_8\ N_2Na_2{\cdot}2\ H_2O$) *с* ($^1/_2\ Na_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н)

Навеску массой (9,306±0,001) г трилона Б растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Точную концентрацию приготовленного раствора трилона Б устанавливают по раствору хлористого кальция в соответствии с п. 3.10. Более точно готовят раствор трилона Б концентрации *с* ($^1/_2Na_2$ ЭДТА) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н) из стандарт-титра (фиксанала). Коэффициент молярности такого раствора равен 1.

3.2. Приготовление раствора индикатора хрома кислотного темно-синего

Навеску массой (0,5±0,1) г хрома кислотного темно-синего помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в этиловом спирте, разбавленном дистиллированной водой в соотношении 1:5, доводя объем раствора до метки. Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой не более 2 мес.

3.3. Приготовление сухой индикаторной смеси из мурексида и хлорида натрия

Навеску массой (0,10±0,01) г мурексида тщательно растирают в фарфоровой или агатовой ступке с 20 г хлорида натрия до получения однородной смеси.

3.4. Приготовление сухой индикаторной смеси из флуорексона (кальцеина) и хлорида калия

Навеску массой (1,0±0,1) г флуорексона (кальцеина) тщательно растирают в фарфоровой или агатовой ступке со 100 г хлорида калия до получения однородной смеси.

3.5. Приготовление хлоридно-аммиачного буферного раствора

Навеску массой (20,0±0,1) г хлористого аммония растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, приливают 100 см³ водного раствора аммиака с массовой долей 25% и доводят объем до 1000 см³ дистиллированной водой.

3.6. Приготовление раствора гидроксиламина солянокислого ($NH_2OH—HCl$) с массовой долей 1%

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

3.7. 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.

3.8. Приготовление раствора соляной кислоты (HCl) с массовой долей 25%

635 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ (или 705 см³ плотностью 1,17 г/см³) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, содержащую 200—300 см³ дистиллированной воды, и доводят объем до метки водой.

3.9. Приготовление раствора кальция концентрации $c(^1/_2Ca^{+2}) = 0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н)

Навеску массой (0,500±0,001) г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, прибавляют 2 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и доводят объем до метки дистиллированной водой. Полученный раствор хлористого кальция имеет концентрацию $c(^1/_2Ca^{+2}) = 0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н) и используется для определения точной концентрации раствора трилона Б.

3.10. Определение концентрации приготовленного раствора трилона Б концентрации c ($^1/_2Na_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ (0,5 н)

50 см³ приготовленного по п. 3.9 раствора хлористорого кальция разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, прибавляют 5 капель раствора гидроксиламина с массовой долей 1%, несколь-

ко кристалликов диэтилдитиокарбамата натрия (или 2 капли раствора сульфида натрия массовой долей 2%) и 10 см³ раствора NaOH с массовой долей 10%, чтобы обеспечить pH 12,5—13,0. Затем вносят 50—60 мг смеси мурексида и хлорида натрия (или флуорексона с хлористым калием) и титруют раствором трилона Б до изменения розовой окраски в сиреневую.

Одновременно проводят холостое титрование без раствора хлористого кальция.

Коэффициент молярности (K) приготовленного раствора трилона Б концентрации $c(^1/_2Na_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм³ рассчитывают по формуле

$$K = \frac{50}{V \cdot 5},$$

где 50 — объем раствора кальция, взятый для титрования, см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора кальция, см³.

3.11. Приготовление раствора сульфида натрия ($Na_2S \cdot 9H_2O$) с массовой долей 2%

11 см³ насыщенного раствора сульфида натрия разбавляют дистиллированной водой до 100 см³.

3.12. Приготовление раствора гидроксида калия (KOH) с массовой долей 20%

Навеску массой (100±1) г калия гидроксида растворяют в 400 см³ воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску массой (5,00±0,01) г торфа или торфяной продукции заливают 250 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ (0,2 н), перемешивают и настаивают 18—20 ч. Можно использовать фильтрат, полученный по п. 2.3 при определении фосфора

4.1.1. Определение суммы кальция и магния

Суспензию фильтруют и отбирают 50 см³ фильтрата, добавляют 5 капель гидроксиламина, несколько кристаллов диэтилдитиокарбамата натрия или 5—10 см³ разбавленного раствора триэтаноламина, прибавляют 10 см³ буферного раствора, 12—15 капель индикатора хрома кислотного темно-синего и сразу же титруют раствором трилона Б молярной концентрации $c(^1/_2Na_2$ ЭДТА) = = 0,05 моль/дм³ (0,05 н) до перехода окраски из вишнево-красной в голубую.

4.1.2. Определение кальция

Отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата, нейтрализуют по лакмусовой бумажке гидроксидом натрия с массовой долей 10%, прибавляют 5 капель гидроксиламина, несколько кристалликов ди-

этилдитиокарбамата натрия или 5—10 см³ разбавленного раствора триэтаноламина, затем добавляют еще 2 см³ раствора NaOH с массовой долей 10% и 50—60 мг смеси мурексида с хлористым натрием и сразу же титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в сиреневую.

Перед окончанием титрования прибавляют трилон Б по каплям, тщательно перемешивая.

При использовании в качестве индикатора флуорексона (кальцеина) испытание проводят следующим образом: к 25—50 см³ фильтрата прибавляют 5 капель гидроксиламина, несколько кристалликов диэтилдитиокарбамата или 5—10 см³ разбавленного раствора триэтаноламина, через 2—3 мин, прибавляют дистиллированную воду до 200 см³, затем при перемешивании приливают по каплям 15 см³ раствора гидроксида калия с массовой долей 20 % до pH=13 (проба лакмусовой бумажкой), 50—60 мг (на кончике шпателя) сухой индикаторной смеси флуорексона (кальцеина) с хлоридом калия и сразу же титруют раствором трилона Б до перехода желтоватой окраски раствора с интенсивной зеленой флуоресценцией в оранжево-розовую с одновременным гашением флуоресценции.

Одновременно проводят титрование контрольной пробы, содержащей все реактивы, кроме анализируемой вытяжки. Объем трилона Б, использованный на титрование контрольной пробы, вычитают из объема трилона Б, израсходованного на титрование анализируемой пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю оксида кальция (X) в процентах при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_{CaO} \cdot K \cdot 250 \cdot 0{,}001402 \cdot 100}{50 \cdot m},$$

где V_{CaO} — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование анализируемой пробы при определении оксида кальция, см³;

K — коэффициент молярности раствора трилона Б концентрации c ($^1/_2Na_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм³;

250 — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³, приливаемый к навеске исследуемого материала, см³;

0,001402 — масса оксида кальция, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б точной концентрации c($^1/_2Na_2$ ЭДТА) = = 0,05 моль/дм³, г;

50 — объем фильтрата, взятый для титрования, см³;

m — масса навески торфа или торфяной продукции, г.

5.2. Массовую долю оксида магния (X_1), в процентах при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 250 \cdot 0{,}00108 \cdot 100}{50 \cdot m},$$

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

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование оксида кальция в пробе вытяжки, см³;

50 — объем фильтрата, взятый для титрования, см³;

m — масса навески торфа или торфяной продукции, г;

0,00108 — масса оксида магния, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б точной концентрации $c(^1/_2\ Na_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм³.

5.3. Массу оксида кальция (X_2) и оксида магния (X_3) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формулам:

$$X_2 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}; \quad X_3 = \frac{X_1 \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги торфа или торфяной продукции, %.

5.4. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при определении оксида кальция при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

%

Массовая доля обменного кальция (CaO)	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной пробы)
До 1,0	0,10	0,20
От 1,0 » 2,0	0,15	0,30
Св. 2,0	0,20	0,40

5.5. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при определении оксида магния при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

%

Массовая доля обменного магния (MgO)	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной пробы)
До 0,1	0,02	0,04
От 0,10 » 0,3	0,04	0,08
Св 0,3	0,06	0,12

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	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 2053—77	2	ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 8864—71	2
ГОСТ 4233—77	2	ГОСТ 10398—76	2
ГОСТ 4234—77	2	ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 24104—80	2
ГОСТ 4530—76	2	ГОСТ 24363—88	2
ГОСТ 4919.1—77	2	ГОСТ 27894.0—88	1

gost.e-ecolog.ru