ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ДВУХ- И ТРЕХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА ПО ВЕРИГИНОЙ-АРИНУШКИНОЙ

ГОСТ 27395—87

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 631.42:546.72.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Метод определения подвижных соединений двух- и трехвалентного железа по Веригиной-Аринушкиной

Soils. Method for determination of mobile two-trivalent iron compounds after Verigina-Arinushkina

ГОСТ 27395—87

0017

с 01.07.88
Срок действия до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений двух- и трехвалентного железа в почвах при выполнении почвенных, мелиоративных, агрохимических и других обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на почвы, содержащие карбонаты.

Сущность метода заключается в извлечении подвижных соединений двух- и трехвалентного железа из почвы раствором серной кислоты $c(1/2H_2SO_4) = 0{,}1$ моль/дм^3 при соотношении почва : раствор 1 : 10 для минеральных почв и 1 : 50 для торфяных почв, времени взбалтывания 5 мин с последующим определением в вытяжках двухвалентного железа фотометрически с α,α-дипиридилом или *о*-фенантролином и суммы двух- и трехвалентного железа фотометрическим или атомно-абсорбционным методом.

Суммарная погрешность метода, выражаемая коэффициентом вариации, составляет при массовой доле железа в почве до 2‰ — 15%, свыше 2‰ — 10%.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Условия отбора проб и доставки их в лабораторию должны исключать возможность окисления двухвалентного железа в период от отбора проб до начала анализа. Пробы почв поступают в лабораторию в герметически закрытых емкостях, например, в ме-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**
© Издательство стандартов, 1987

таллических стаканах с крышками, залитыми парафином или замазкой. Анализы проводят не позднее одних суток после отбора проб. Хранят пробы в прохладном помещении, при этом должно быть исключено попадание на них прямых солнечных лучей.

Точечные пробы на анализ отбирают не менее чем из пяти мест каждого стакана. Масса объединенной пробы — 5 г.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют:

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

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

ротатор с оборотом на 360° и частотой вращения 30—40 $мин^{-1}$ или взбалтыватель с возвратно-поступательным движением и частотой циклов 75 $мин^{-1}$ для перемешивания почвы с экстрагирующим раствором;

фотоэлектроколориметр или другой аналогичный прибор по ГОСТ 12083—78, позволяющий работать при длине волны 512—522 нм;

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,05 единиц pH;

атомно-абсорбционный спектрофотометр С-112, С-115 или другой аналогичный прибор;

лампа с полым катодом для определения железа;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75 или пропан-бутан бытовой в баллоне;

колбы наливные мерные 2-го класса точности с пришлифованными пробками вместимостью 50, 100, 250, 500 $см^3$ и 1 $дм^3$ по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 100, 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 23932—79 и ГОСТ 25336—82;

пипетки вместимостью 1, 5, 10, 20 $см^3$ исполнения 4, 6, 7 1-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

бюретки вместимостью 5, 10, 50 $см^3$ исполнения 4 1-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

воронки стеклянные исполнение 2 диаметром 110 мм по ГОСТ 25336—82;

цилиндры мерные вместимостью 50—250 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

фильтры обеззоленные, белая лента, диаметром 15 см или бумагу фильтровальную лабораторную марок ФОС или ФОМ по ГОСТ 12026—76;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

d,d — дипиридил, ч. д. а.;

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

гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;

индикатор тимолблау (тимоловый синий), ч. д. а.;
натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, ч. д. а.;
натрий уксуснокислый трехводный по ГОСТ 199—78, ч. д. а.;
борная кислота по ГОСТ 9656—75, ч. д. а.;
серная кислота по ГОСТ 4204—77, ч. д. а.;
соляная кислота по ГОСТ 3118—77, ч. д. а.;
уксусная ледяная кислота по ГОСТ 19814—74, ч. д. а.;
о-фенантролин, ч. д. а.;
соль Мора по ГОСТ 4208—72, х. ч.;
фенолфталеин, индикатор по ГОСТ 5850—72, раствор в этиловом спирте с массовой долей 2%;
стандарт-титр гидроокиси натрия 0,1 моль/дм^3;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)=0{,}1$ моль/дм^3

2,8 см^3 концентрированной серной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, наполовину заполненную дистиллированной водой, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. Концентрацию кислоты проверяют титрованием по ГОСТ 25794.1—83. Допускается использование раствора серной кислоты с молярной концентрацией от 0,09 до 0,11 моль/дм^3.

3.2. Приготовление ацетатного буферного раствора с pH 5,5—5,6

(300,0±0,1) г уксуснокислого трехводного натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды, приливают (25,0±0,1) см^3 ледяной уксусной кислоты, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

3.3. Приготовление раствора *d,d*-дипиридила с массовой долей 0,5%

(0,50±0,01) г *d,d*-дипиридила растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 3—4 см^3 соляной кислоты $c(HCl)=0{,}1$ моль/дм^3, доводят объем дистиллированной водой до 100 см^3 и перемешивают раствор.

3.4. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c(HCl)=0{,}1$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают около 500 см^3 дистиллированной воды, добавляют 8,2 см^3 концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

3.5. Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 10%

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ наливают около 500 см³ дистиллированной воды, добавляют по стенке колбы 60,6 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

3.6. Приготовление раствора индикатора тимолового синего с массовой долей 0,04%

(0,040±0,001) г индикатора тимолового синего растворяют в этиловом спирте, доводят объем раствора этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100 см³ до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке темного стекла.

3.7. Приготовление раствора фтористого натрия с массовой долей 1%

(10±0,1) г фтористого натрия растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ до метки и тщательно перемешивают.

3.8. Приготовление раствора борной кислоты с массовой долей 1%

(10,0±0,1) г борной кислоты растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ до метки и тщательно перемешивают.

3.9. Приготовление раствора гидроксиламина солянокислого с массовой долей 5%

(5,0±0,1) г гидроксиламина солянокислого растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см³ до метки и тщательно перемешивают.

3.10. Приготовление раствора *о*-фенантролина с массовой долей 0,5%

(0,50±0,01) г *о*-фенантролина растворяют в 100 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)=0{,}1$ моль/дм³ при слабом нагревании, охлаждают до комнатной температуры и тщательно перемешивают.

3.11. Приготовление раствора уксуснокислого натрия с массовой долей 10%

(16,6±0,1) г уксуснокислого натрия трехводного растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

3.12. Приготовление раствора двухвалентного железа с массовой концентрацией 0,1 мг/см³

(0,702±0,001) г соли Мора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в растворе серной кислоты, приготовленном по п. 3.1, доводя объем раствора до метки, и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.13. Приготовление раствора двухвалентного железа с массовой концентрацией 0,01 мг/см³

(10,0±0,1) см³ исходного раствора соли Мора, приготовленного по п. 3.12, разбавляют в растворе серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)=0,1$ моль/дм³, приготовленном по п. 3.1, доводя объем раствора в мерной колбе вместимостью 100 см³ до метки, и тщательно перемешивают.

3.14. Приготовление растворов с заданными концентрациями железа

В мерные колбы вместимостью 50 см³ в соответствии с таблицей приливают бюреткой объемы раствора двухвалентного железа, приготовленного по п. 3.13.

Допускается приготовление серии растворов в мерных колбах 100 см³. При этом следует приливать бюреткой объемы раствора, вдвое больше приведенных в таблице.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Пробы почвы массой (5,0±0,1) г помещают в колбы вместимостью 100—250 см³. Одновременно берут навеску для определения влажности почвы. Влажность почвы определяют по ГОСТ 5180—84.

Приливают в колбы с навесками почвы по 50 см³ серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)=0,1$ моль/дм³. Содержимое колб взбалтывают в течение 5 мин и фильтруют через сухой фильтр в сухие колбы. При анализе торфа объем серной кислоты увеличивают до 250 см³.

Из каждой колбы берут по две порции фильтрата: в одной определяют содержание двухвалентного железа фотометрически с *d,d*-дипиридилом или *о*-фенантролином, в другой — суммарное содержание двух- и трехвалентного железа фотометрическим или атомно-абсорбционным методом.

Одновременно проводят контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия пробы почвы. Для каждой партии анализов контрольный опыт проводят в трехкратной повторности.

4.2. Для фотометрического определения содержания двухвалентного железа с *d,d*-дипиридилом в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см³ помещают от 5 до 20 см³ фильтрата в зависимости от предполагаемого содержания двухвалентного железа.

В колбы с вытяжками и растворами сравнения (таблица) добавляют 1 см³ раствора фтористого натрия с массовой долей 1%, содержимое перемешивают, добавляют 1 см³ раствора борной кислоты с массовой долей 1% и перемешивают. Затем в колбы добавляют две капли раствора тимолового синего с массовой долей 0,04%, перемешивают и приливают ацетатный буферный раствор до перехода фиолетовой окраски в желтую.

Концентрации растворов для определения двухвалентного и суммарного содержания двух- и трехвалентного железа

Показатель	Номер раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора с массовой концентрацией железа 0,01 мг/см³ (п. 3.13) для мерных колб вместимостью 50 см³, см³	0,0	0,5	1,5	2,5	3,5	4,5	5,0	15,0
Массовая концентрация железа в растворах, мг/см³	0,0000	0,0001	0,0003	0,0005	0,0007	0,0009	0,0010	0,0030

Далее прибавляют 1—2 см³ раствора *d,d*-дипиридила с массовой долей 0,5%, приготовленного по п. 3.3, доводят раствор до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и через 30—40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или другом аналогичном приборе при длине волны 522 нм относительно контрольного опыта с добавлением всех реактивов.

4.3. Для определения содержания двухвалентного железа с *о*-фенантролином в мерные колбы вместимостью 50—100 см³ помещают 5—20 см³ фильтрата в зависимости от предполагаемого содержания двухвалентного железа.

В колбы с вытяжками и растворами сравнения (см. таблицу) добавляют 1 см³ фтористого натрия с массовой долей 1%, приготовленного по п. 3.7, содержимое перемешивают, добавляют 1 см³ раствора борной кислоты с массовой долей 1%, приготовленного по п. 3.8 и перемешивают, затем в колбы добавляют одну-две капли раствора тимолового синего с массовой долей 0,04%, приготовленного по п. 3.6, и приливают раствор уксуснокислого натрия с массовой долей 10%, приготовленного по п. 3.11, до желтой окраски.

Далее прибавляют 1—2 см³ раствора *о*-фенантролина с массовой долей 0,5%, приготовленного по п. 3.10, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, снова перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или другом аналогичном приборе при длине волны 512 нм относительно контрольного опыта с добавлением всех реактивов.

4.4 Для определения суммарного содержания двух- и трехвалентного железа фотометрическим методом с *d,d*-дипиридилом или *о*-фенантролином в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см³

помещают от 5 до 20 см³ фильтрата в зависимости от предполагаемого содержания железа. Для перевода окисного железа в закисное в колбы с вытяжками и растворами сравнения прибавляют 10 см³ раствора гидроксиламина солянокислого с массовой долей 5%, приготовленного по п. 3.9 и перемешивают.

В колбы прибавляют одну-две капли раствора тимолового синего с массовой долей 0,04% и далее проводят анализ в соответствии с п. 4.2 или п. 4.3.

4.5. Определение суммарного содержания двух- и трехвалентного железа атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен — воздух или пропан-бутан — воздух по аналитической линии 248,3 нм. Пламя должно быть прозрачным, голубым. Ширину щели монохроматора, расход газов, ток, питающую лампу с полым катодом устанавливают в соответствии с инструкциями завода-изготовителя. После стабилизации режима работы прибора в пламя вводят первый раствор сравнения, не содержащий железо, и устанавливают начало отсчета. Затем вводят в пламя остальные растворы сравнения в порядке возрастания концентрации железа, после этого — вытяжки из почв.

После каждых десяти вытяжек в пламя вводят первый и пятый растворы сравнения для проверки градуировочной характеристики прибора. Если при проверке получаются показания, отличающиеся от полученных ранее для данных растворов более чем на 3% (относительных), корректируют настройку прибора и анализируют вытяжки снова.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении двухвалентного и суммы двух- и трехвалентного железа с *d,d*-дипиридилом и *о*-фенантролином фотометрически по оптической плотности растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации железа (мг/см³), а по оси ординат — соответствующие им оптические плотности (показания прибора).

По результатам измерения оптической плотности растворов, полученных при анализе вытяжек из почв с *d,d*-дипиридилом и *о*-фенантролином, с помощью градуировочных графиков находят массовую концентрацию двухвалентного железа (c_1) и массовую долю подвижных соединений двухвалентного железа (X_1) в почве, а также массовую концентрацию (c_2) и массовую долю (X_2) суммы двух- и трехвалентного железа в почве.

Массовую долю подвижных соединений двухвалентного железа в почвах (X_1) %₀, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot K}{V_1 \cdot m}. \qquad (1)$$

Массовую долю суммы подвижных соединений двух- и трехвалентного железа в почвах (X_2) ‰ вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{c_2\cdot V_2\cdot V_3\cdot K}{V_1\cdot m}. \qquad (2)$$

Массовую долю подвижных соединений трехвалентного железа в почвах (X_3) ‰, вычисляют по формуле

$$X_3=X_2-X_1, \qquad (3)$$

где c_1 — массовая концентрация железа в фотометрируемом растворе, мг/см^3;

c_2 — массовая концентрация двух- и трехвалентного железа в фотометрируемом растворе, мг/см^3;

V_1 — объем фильтрата, взятый из V_3 для определения железа, см^3;

V_2 — объем фотометрируемого раствора (вместимость мерной колбы), см^3;

V_3 — объем раствора серной кислоты $c(1/2H_2SO_4)=0{,}1$ моль/дм^3, израсходованный для извлечения железа, см^3;

m — масса навески, г;

K — коэффициент для пересчета на абсолютно сухую почву.

5.2. При определении суммы двух- и трехвалентного железа атомно-абсорбционным методом строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значения оптической плотности растворов сравнения, а по оси абсцисс — массовую концентрацию железа в растворе сравнения в пересчете на массовую долю железа в почве в промиле.

Массовую долю железа в почве (X) ‰, вычисляют по формуле

$$X=(c-c_к)\cdot a\cdot K, \qquad (4)$$

где c — массовая концентрация железа в вытяжке из почвы в пересчете на массовую долю железа в почве, найденная по градуировочному графику, ‰;

$c_к$ — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта в пересчете на массовую долю железа в почве, найденная по градуировочному графику, ‰;

a — коэффициент, учитывающий разбавление вытяжки в анализе;

K — коэффициент для пересчета на абсолютно сухую почву.

Значение результата контрольного опыта не должно превышать 1/3 от минимальной концентрации в серии растворов сравнения.

За результат анализа принимается результат единичного определения.

5.3. Допускаемые отклонения результатов от среднего арифметического при повторных анализах не должны превышать при доверительной вероятности $P=0,95$ следующих значений:

при массовой доле железа в почве до 2‰ — 20% (относительных), при массовой доле железа в почве свыше 2‰ — 15%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственным агропромышленным комитетом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

З. П. Антонова (руководитель темы), канд. с.-х. наук; **Ю. В. Федорин**, канд. с.-х. наук; **С. И. Носов**, канд. экон. наук; **В. Д. Скалабан**, канд. биол. наук; **Г. В. Добровольский**, чл.-корр. АН СССР; **Д. С. Орлов**, д-р биол. наук, проф.; **Л. А. Воробьева**, д-р биол. наук; **Г. В. Мотузова**, канд. биол. наук; **Л. Л. Шишов**, чл.-корр. ВАСХНИЛ, проф.; **В. А. Большаков**, д-р биол. наук; **Т. Г. Дементьева**, канд. биол. наук; **Ю. И. Водяницкий**, канд. техн. наук; **С. Г. Самохвалов**, канд. с.-х. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.09.87 № 3524

3. **Срок первой проверки — 1993 г.**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 199—78	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	»
ГОСТ 3118—77	»
ГОСТ 4204—77	»
ГОСТ 4208—72	»
ГОСТ 4328—77	»
ГОСТ 4463—76	»
ГОСТ 5180—84	4
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	»
ГОСТ 5850—72	»
ГОСТ 6709—72	»
ГОСТ 9656—75	»
ГОСТ 12026—76	»
ГОСТ 12083—78	»
ГОСТ 18300—87	»
ГОСТ 19814—74	»
ГОСТ 20292—74	»

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 23932—79	»
ГОСТ 24104—80	»
ГОСТ 25336—82	»
ГОСТ 25794.1—83	3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 08.10.87 Подл. в печ. 13.11.87 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,64 уч.-изд. л. Тир. 7000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1270