УДК 631.4:546.226.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Методы определения иона сульфата в водной вытяжке

Soils. Methods for determination of sulphate ion in water extract

ГОСТ 26426—85

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1985 г. № 283 срок действия установлен

с 01.01.86

до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения иона сульфата в водной вытяжке из засоленных почв при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследования угодий, контроля за состоянием солевого режима почв, а также при других изыскательских и исследовательских работах.

Суммарная относительная погрешность составляет:

для весового метода

10% — для количества эквивалентов иона сульфата св. 1 до 3 ммоль в 100 г почвы; 5% — св. 3 ммоль в 100 г почвы;

для турбидиметрического метода

10% — для количества эквивалентов иона сульфата св. 0,5 до 3 ммоль в 100 г почвы; 7,5% — св. 3 ммоль в 100 г почвы.

1. ВЕСОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНА СУЛЬФАТА

Сущность метода заключается в осаждении иона сульфата раствором хлористого бария и взвешивании прокаленного остатка. Для предотвращения осаждения карбоната, фосфата бария и других соединений анализируемую пробу подкисляют соляной кислотой.

1.1. Метод отбора проб

1.1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 26423—85.

gost.e-ecolog.ru

1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

1.2.1. Для проведения анализа применяют:

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

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

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 700—750°С;

баню водяную;

электроплитку;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

эксикатор с прокаленным хлористым кальцием;

стаканы химические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

чашки фарфоровые;

тигли фарфоровые;

стекла часовые;

палочки стеклянные;

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

барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108—72, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 10%;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а., разбавленную дистиллированной водой в отношении 1 : 3 и 1 : 100;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., раствор с массовой долей 10%;

метиловый красный, индикатор, ч. д. а., раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 7 см;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

1.3. Проведение анализа

1.3.1. *Приготовление вытяжки из почвы*

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26423—85.

1.3.2. *Определение иона сульфата*

Отбирают дозатором или пипеткой 20 см³ анализируемой вытяжки в химический стакан. К пробе прибавляют дистиллированную воду до общего объема раствора 40—50 см³, 3 капли раствора метилового красного и подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1 : 3 до кислой реакции, добавив избыток кислоты в 3—4 капли. Если при этом раствор мутнеет, его фильтруют через обеззоленный фильтр в чистый химический стакан. Фильтр промывают соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, тремя порциями по 3—5 см³.

При анализе темно-окрашенных вытяжек пробу помещают в фарфоровую чашку, выпаривают на водяной бане досуха и про-

каливают в муфельной печи в течение 2 ч при температуре 700°С. После охлаждения смачивают прокаленный остаток 1 см³ разбавленной 1 : 3 соляной кислоты и выпаривают кислоту досуха на водяной бане. Остаток растворяют при нагревании в разбавленной 1 : 100 соляной кислоте и фильтруют раствор в чистый химический стакан через обеззоленный фильтр. Чашку и фильтр промывают разбавленной 1 : 100 соляной кислотой, доводя объем фильтрата до 40—50 см³.

Стакан с разбавленной и подкисленной пробой вытяжки нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют по каплям 5 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 10%, тщательно перемешивая раствор палочкой после прибавления каждой капли. Стакан накрывают часовым стеклом и помещают на кипящую водяную баню на 2—3 ч для отстаивания осадка.

Затем делают пробу на полноту осаждения сульфата бария. Для этого в прозрачный отстоявшийся раствор по стенке стакана приливают несколько капель раствора хлористого бария с массовой долей 10%. Если около стенки образуется муть, в раствор добавляют еще 3 см³ раствора хлористого бария, нагревают до кипения и дают осадку отстояться. Затем приступают к фильтрованию. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, до прекращения реакции на барий (раствор серной кислоты с массовой долей 10%).

Фильтр с осадком подсушивают на воронке, помещают во взвешенный с погрешностью не более 0,001 г фарфоровый тигель и ставят в холодную муфельную печь. Осадок прокаливают в течение 30 мин при температуре 700—750°С (при температуре выше 800°С осадок разлагается). Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Для достижения постоянной массы осадок прокаливают повторно в течение 20 мин при той же температуре.

Таким же образом проводят холостой опыт, взяв вместо пробы вытяжки 20 см³ дистиллированной воды.

Допускается увеличение до 50 см³ или уменьшение до 5 см³ объема пробы вытяжки при условии, что масса образующегося осадка сульфата бария будет 20—200 мг.

1.4. Обработка результатов

1.4.1. Количество эквивалентов иона сульфата (X), ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 500}{116{,}7 \cdot V},$$

где m — масса осадка сульфата бария, мг;

m_1 — результат холостого определения, мг;

500 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

116,7 — молярная масса эквивалента сульфата бария, мг/ммоль;

V — объем пробы вытяжки, см³.

Массовую долю иона сульфата в анализируемой почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = C \cdot 0{,}048,$$

где C — количество эквивалента иона сульфата в почве, ммоль в 100 г;

0,048 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения иона сульфата.

Результат анализа выражают в миллимолях в 100 г почвы и в процентах с округлением до трех значащих цифр.

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

14% — для количества эквивалентов иона сульфата св. 1 до 3 ммоль в 100 г почвы; 7% — св. 3 ммоль в 100 г почвы.

2. ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНА СУЛЬФАТА

Сущность метода заключается в осаждении иона сульфата хлористым барием и турбидиметрическом определении его в виде сульфата бария. В качестве стабилизатора взвеси используют поливиниловый спирт или глицерин.

Метод не применяется для анализа водных вытяжек, окрашенных органическим веществом.

2.1. Метод отбора проб

2.1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 26423—85.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

2.2.1. 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;

пробирки стеклянные диаметром 16 мм и вместимостью не менее 15 см³ по ГОСТ 25336—82;

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

барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108—72, х. ч. или ч. д. а.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а., раствор концентрации $c(HCl) = 1$ моль/дм³;

поливиниловый спирт, ч. д. а., или глицерин по ГОСТ 6259—75, ч. д. а.;

натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76, х. ч.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., раствор с массовой долей 0,5%;

соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, ч. д. а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление запасного осаждающего раствора с поливиниловым спиртом*

5 г поливинилового спирта и 20 г хлористого бария взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³. Приливают примерно 800 см³ дистиллированной воды, 60 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ и нагревают смесь при перемешивании до полного растворения реактивов. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес. В случае помутнения, образования хлопьев, осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

2.3.2. *Приготовление рабочего осаждающего раствора с поливиниловым спиртом*

В день проведения анализа запасной осаждающий раствор разбавляют дистиллированной водой в отношении 2 : 1.

2.3.3. *Приготовление осаждающего раствора с глицерином*

Взвешивают 20 г хлористого бария с погрешностью не более 0,1 г и помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³. Приливают примерно 300 см³ дистиллированной воды и 60 см³ соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³. После полного растворения хлористого бария объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Приготовленный раствор смешивают с глицерином в отношении 1 : 1. Раствор хранят не более 3 мес.

2.3.4. *Приготовление раствора сернокислого натрия концентрации* $c(^1/_2\,Na_2SO_4)=0{,}2$ *моль/дм³ (0,2 н.)*

14,2 г безводного сернокислого натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105°С, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 г. В случае помутнения, образования хлопьев, осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

2.3.5. *Приготовление растворов сравнения*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 2.3.4. Объемы

растворов доводят до меток дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Растворы хранят в склянках с притертыми пробками не более 1 мес.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 2.3.4, $см^3$	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10	12
Концентрация иона сульфата $c(^1/_2 SO_4)$: в растворах сравнения, моль/$дм^3$	0	0,002	0,004	0,008	0,012	0,016	0,020	0,024
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10	12

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа.

2.3.6. *Приготовление щелочного раствора трилона Б*

30 г трилона Б, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 1000 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 0,5%.

Раствор используют для мытья кювет фотоэлектроколориметра и пробирок, в которых проводят определение. Кюветы и пробирки помещают в раствор на 1 ч.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. *Приготовление вытяжки из почвы*

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26423—85.

2.4.2. *Определение иона сульфата*

Отбирают дозатором или пипеткой по 1 $см^3$ анализируемых вытяжек и растворов сравнения в пробирки. К пробам приливают дозатором или из бюретки по 10 $см^3$ рабочего осаждающего раствора, приготовленного по п 2.3.2 или п 2.3.3 и тщательно перемешивают. Фотометрирование взвеси проводят не ранее чем через 10 мин после прибавления осаждающего раствора, в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм относительно раствора сравнения № 1, при длине волны 520 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 500—540 нм. Перед помещением в кювету фотоэлектроколориметра содержимое пробирки необходимо взболтать. Взвесь оптически устойчива в течение 7 ч.

Допускается пропорциональное изменение объемов пробы вытяжки, растворов сравнения и осаждающего раствора 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 иона сульфата в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра.

Количество эквивалентов сульфата в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив вытяжку дистиллированной водой. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько была разбавлена вытяжка.

Массовую долю иона сульфата в анализируемой почве (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = C \cdot 0{,}048,$$

где C — количество эквивалентов иона сульфата в анализируемой почве, ммоль в 100 г;

0,048 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения иона сульфата.

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

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

14% — для количества эквивалентов иона сульфата св. 0,5 до 3 ммоль в 100 г почвы; 10% — св. 3 ммоль в 100 г почвы.

gost.e-ecolog.ru