УДК 631.4:546.264.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Метод определения ионов карбоната и бикарбоната в водной вытяжке

Soils. Method for determination of carbonate and bicarbonate ions in water extract

ГОСТ 26424—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 метод определения ионов карбоната и бикарбоната 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 погрешность метода, выраженная средним квадратическим отклонением, составляет 0,07 ммоль в 100 г почвы.

Сущность метода заключается в титровании раствором серной кислоты в водной вытяжке ионов карбоната до pH 8,3, бикарбоната — до pH 4,4. Конечную точку титрования устанавливают с помощью pH-метра или по изменению окраски индикаторов — фенолфталеина (pH 8,3) и метилового оранжевого (pH 4,4).

Для анализа темно-окрашенных вытяжек титрование с использованием индикаторов не применяют.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

pH-метр или иономер с погрешностью измерений не более 0,05 pH;

электрод стеклянный для определения активности ионов водорода;

электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792—72 или аналогичный;

блок автоматического титрования БАТ-15 или аналогичный прибор;

магнитную мешалку;

бюретку вместимостью 5 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

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

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

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

кислоту серную, стандарт-титр $c(^1/_2H_2SO_4)=0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 н.);

фенолфталеин, индикатор по ГОСТ 5850—72, раствор с массовой долей 2% в этиловом спирте;

метиловый оранжевый, индикатор по ГОСТ 10816—64, раствор с массовой долей 0,1%;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)=0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 н.)

Готовят из стандарт-титра.

3.2. Приготовление раствора серной кислоты концентрации $c(^1/_2H_2SO_4)=0{,}02$ моль/$дм^3$ (0,02 н.)

Отбирают пипеткой 100 $см^3$ раствора, приготовленного по п. 3.1, в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

4.2. Определение ионов карбоната и бикарбоната

Отбирают дозатором или пипеткой 20 см³ водной вытяжки в химический стакан и помещают стакан на магнитную мешалку. Заполняют бюретку раствором серной кислоты концентрации 0,02 моль/дм³. В пробу вытяжки погружают электродную пару и кончик дозирующей трубки бюретки. На блоке автоматического титрования задают значение pH конечной точки титрования, равное 8,3. Включают магнитную мешалку, pH-метр и блок автоматического титрования. Когда показания pH-метра установятся, открывают кран бюретки, титруют пробу до pH 8,3 и регистрируют расход кислоты. Затем задают на блоке автоматического титрования значение pH конечной точки титрования, равное 4,4, и продолжают титрование. По окончании титрования регистрируют расход кислоты по бюретке.

При отсутствии блока автоматического титрования пробы титруют вручную. Значение pH контролируют с помощью pH-метра или по индикаторам. При использовании индикаторов сначала к пробе прибавляют 1 каплю раствора фенолфталеина и, если раствор приобретает малиновую окраску, титруют до ее исчезновения (pH 8,3). Затем прибавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого и титруют раствор до перехода окраски от желтой к оранжевой (pH 4,4).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Количество эквивалентов карбонат-иона (X), ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X = \frac{2 \cdot c \cdot V \cdot 500}{V_1},$$

где 2 — коэффициент, учитывающий, что при pH 8,3 карбонат-ион оттитрован наполовину;

c — концентрация раствора серной кислоты $c(^1/_2\,H_2SO_4)$ ммоль/см³;

V — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование пробы до pH 8,3, см³;

500 — коэффициент пересчета ммоль в 100 г почвы;

V_1 — объем пробы вытяжки, см³.

Массовую долю карбонат-иона в почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = C \cdot 0{,}030,$$

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

0,030 — коэффициент пересчета в проценты.

5.2. Количество эквивалентов бикарбонат-иона (X), ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c(V_1 - V) \cdot 500}{V_2},$$

где c — концентрация раствора серной кислоты, ммоль/см^3;

V_1 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование пробы от pH 8,3 (или ниже, если отсутствует карбонат-ион) до pH 4,4, см^3;

V — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование пробы до pH 8,3, см^3;

500 — коэффициент пересчета в ммоль в 100 г почвы;

V_2 — объем пробы вытяжки, см^3.

Массовую долю бикарбонат-иона в почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = C \cdot 0{,}061,$$

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

0,061 — коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения карбонат- и бикарбонат-иона. Результат выражают в миллимолях в 100 г почвы и в процентах с округлением до трех значащих цифр.

5.3. Допускаемое отклонение при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляет 0,10 ммоль в 100 г почвы.

gost.e-ecolog.ru