

ПОЧВЫ**Определение подвижной серы
по методу ЦИНАО****Soils. Determination of mobile sulfur
by CINAO method****ГОСТ
26490-85**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 821 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижной серы 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 метода составляет 25% при массовой доле серы в почве до 2,5 млн⁻¹; 10% — св. 2,5 до 5 млн⁻¹; 7,5% — св. 5 млн⁻¹.

Сущность метода заключается в извлечении подвижной серы из почвы раствором хлористого калия, осаждении сульфатов хлористым барием и последующем турбидиметрическом определении их в виде сульфата бария по оптической плотности взвеси. В качестве стабилизатора взвеси используется растворимый крахмал.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

баню водяную;

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;

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

пробирки стеклянные вместимостью 50 см³ по ГОСТ 10515—75; кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч., раствор концентрации с (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.);

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

натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, х.ч., или ч.д.а., раствор массовой концентрации 5 г/дм³;

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

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

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, х.ч. или ч.д.а.; воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление осаждающего раствора

20 г двуводного хлористого бария, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³, приливают примерно 800 см³ дистиллированной воды и 60 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³. Стакан помещают на кипящую водяную баню. В горячий раствор добавляют 5 г растворимого крахмала, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г и предварительно разведенного небольшим количеством дистиллированной воды. Смесь нагревают на водяной бане при непрерывном помешивании до получения прозрачного раствора. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят дистиллированной водой объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в холодильнике не более недели. Перед использованием раствор фильтруют через бумажный фильтр.

3.2. Приготовление раствора серы массовой концентрации 0,1 мг/см³

0,443 г сернокислого натрия, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105°C, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в растворе хлористого калия концентрации 1 моль/дм³, доводя объем раствора до метки, и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в холодильнике не более 3 мес.

3.3. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 3.2. Объемы растворов доводят до метки раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³ и тщательно перемешивают.

| Характеристика раствора | Номер раствора сравнения | | | | | | | |
|--|--------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Объем раствора, приготовленного по п. 3.2, см ³ | 0 | 2 | 4 | 8 | 12 | 16 | 20 | 24 |
| Концентрация серы: в растворе сравнения, мг/дм ³ | 0 | 0,8 | 1,6 | 3,2 | 4,8 | 6,4 | 8,0 | 9,6 |
| в пересчете на массовую долю в почве, млн ⁻¹ | 0 | 2 | 4 | 8 | 12 | 16 | 20 | 24 |

Растворы хранят в склянках с притертыми пробками не более 1 мес.

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа.

3.4. Приготовление моющего раствора

5 г трилона Б, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 1000 см³ раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 5 г/дм³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

4.2. Определение серы

В пробирки отбирают по 15 см³ фильтратов и растворов сравнения. К пробам приливают по 15 см³ осаждающего раствора и тщательно перемешивают.

Взвеси не ранее чем через 10 мин после прибавления осаждающего раствора фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 5 см 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 взвесь необходимо перемешать. Взвесь оптически устойчива в течение 7 ч.

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

Кюветы фотоэлектроколориметра и пробирки после работы помещают в моющий раствор на 1 ч.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации серы в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве (млн^{-1}), а по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра.

Массовую долю серы в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат холостого опыта.

Если результат анализа 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.

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

За результат анализа принимают значение единичного определения серы.

Результаты анализа выражают в миллионных долях с округлением до первого десятичного знака.

5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют 35% при массовой доле серы в почве до $2,5 \text{ млн}^{-1}$, 15% — св. $2,5$ до 5 млн^{-1} , 10% — св. 5 млн^{-1} .
