

## ГРУНТЫ ТЕПЛИЧНЫЕ

Методы определения водорастворимых  
кальция и магнияGreenhouse grounds.  
Methods for determination  
of water-soluble  
calcium and magnesium

ГОСТ

27753.9—88

ОКСТУ 0017

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на тепличные грунты и устанавливает комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения кальция и магния, а также фотометрический метод определения магния в водной вытяжке из тепличных грунтов при проведении агрохимического обследования с целью оценки обеспеченности растений элементами питания и контроля за солевым режимом грунтов.

Предельные значения суммарной относительной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляют:

для комплексонометрического метода:

20% — при определении кальция;

25% — при определении магния;

для атомно-абсорбционного метода:

22% — в диапазоне концентраций кальция до 500 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 1000 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

10% — свыше 500 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

30% — в диапазоне концентрации магния до 40 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 80 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

21% — свыше 40 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 80 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

Для фотометрического метода определения магния — 24%.

Общие требования к выполнению анализов — по ГОСТ 27753.0.

## 1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Метод отбора проб — по ГОСТ 27753.1.

## 2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Сущность метода заключается в последовательном комплекснометрическом титровании в одной пробе ионов кальция при pH 12,5—13,0 и ионов магния при pH около 10,0 с использованием в качестве металлоиндикатора хрома кислотного темно-синего.

### 2.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104 и весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Дозаторы или пипетки и бюретки для отмеривания 0,5; 2,0; 5,0; 20,0 и 50,0 см<sup>3</sup> раствора, исполнение 1 по ГОСТ 20292.

Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, исполнение 1 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup>, исполнение 1 по ГОСТ 20292.

Стаканы химические или колбы конические вместимостью не менее 100 см<sup>3</sup>, исполнение 1 по ГОСТ 25336.

Мешалка магнитная лабораторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная водой 1:4.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 2$  моль/дм<sup>3</sup> (2 н.).

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия N, N'-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864.

Магний сернокислый, стандарт-титр для приготовления раствора молярной концентрации  $c(1/2 \text{MgSO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Хром кислотный темно-синий, металлоиндикатор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 или стандарт-титр.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, разбавленный водой 1:4.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 % по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

## 2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Приготовление аммиачного буферного раствора

( $20,0 \pm 0,1$ ) г хлористого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют примерно в 500 см<sup>3</sup> воды, приливают 100 см<sup>3</sup> водного аммиака и доводят объем раствора до метки водой.

Раствор хранят не более 2 мес.

2.2.2. Приготовление раствора индикатора

( $0,50 \pm 0,01$ ) г хрома кислотного темно-синего помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в этиловом спирте, разбавленном 1:4 водой, доводя объем раствора до метки.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 2 мес.

2.2.3. Приготовление раствора сернокислого магния молярной концентрации  $c$  ( $1/2 \text{ MgSO}_4$ ) =  $= 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н)

Готовят из стандарт-титра. Раствор хранят не более 1 года.

2.2.4. Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $1/2 \text{ Na}_2\text{ЭДТА}$ ) =  $0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н)

( $3,72 \pm 0,01$ ) г трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки. Точную концентрацию раствора трилона Б устанавливают титрованием по раствору сернокислого магния. Для этого 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния отбирают в химический стакан. Стакан помещают на магнитную мешалку и при перемешивании приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, 5 капель раствора кислотного темно-синего хрома и титруют раствором трилона Б до перехода окраски от розовой к синей. Титрование проводят три раза и для расчета точной концентрации используют среднее арифметическое результатов трех титрований. Точную концентрацию раствора трилона Б ( $c$ ) в молях на дециметр кубический вычисляют по формуле

$$c = \frac{0,1 \cdot 5}{V}, \quad (1)$$

где 0,1 — молярная концентрация раствора сернокислого магния, моль/дм<sup>3</sup>;

5 — объем раствора сернокислого магния, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Раствор хранят не более 3 мес.

Допускается приготовление раствора трилона Б молярной концентрации  $c$  ( $1/2 \text{ Na}_2\text{ЭДТА}$ ) =  $0,02$  моль/дм<sup>3</sup> ( $0,02$  н) путем разбавления раствора трилона Б, приготовленного из стандарт-титра.

### 2.3. Проведение анализа

#### 2.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

#### 2.3.2. Определение кальция и магния

20 см<sup>3</sup> фильтрата помещают в химический стакан или коническую колбу. Стакан или колбу помещают на магнитную мешалку и при перемешивании приливают 0,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina гидрохлорида с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия молярной концентрации  $c$  ( $\text{NaOH}$ ) =  $2$  моль/дм<sup>3</sup> ( $2$  н), добавляют несколько кристаллов диэтилдитиокарбамата натрия и 1—2 капли раствора кислотного темно-синего хрома. Кальций титруют раствором трилона Б до перехода окраски от розовой к сиреневой и регистрируют расход титранта по бюретке. Затем нейтрализуют оттитрованный раствор соляной кислотой, разбавленной 1:4 водой, до перехода окраски от сиреневой к исходной розовой так, чтобы избыток кислоты не превышал 1—2 капель. После этого приливают 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора и титруют магний раствором трилона Б до перехода окраски от розовой к синей. По окончании титрования регистрируют расход титранта.

Таким же образом титруют контрольную пробу.

### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю кальция в анализируемом грунте ( $X$ ) в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c \cdot 20 \cdot K}{V_2}, \quad (2)$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в пробе вытяжки, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в контрольной пробе, см<sup>3</sup>;

$c$  — молярная концентрация раствора трилона Б,  $c(1/2 \text{ Na}_2\text{ЭДТА})$  моль/дм<sup>3</sup>;

20 — молярная масса эквивалента кальция, г/моль;

$V_2$  — объем пробы вытяжки, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент пересчета в массовую долю кальция в грунте, равный: 5000 — при отношении грунта и воды 1:5 и 10 000 — при отношении грунта и воды 1:10.

2.4.2. Массовую долю магния в анализируемом грунте ( $X'$ ) в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X' = \frac{(V_1' - V_0') \cdot c \cdot 12,2 \cdot K}{V_2}, \quad (3)$$

где  $V_1'$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование магния в пробе вытяжки, см<sup>3</sup>;

$V_0'$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование магния в контрольной пробе, см<sup>3</sup>;

$c$  — молярная концентрация раствора трилона Б,  $c(1/2 \text{ Na}_2\text{ЭДТА})$  моль/дм<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент пересчета в массовую долю магния в грунте, равный: 5000 — при отношении грунта к воде 1:5 и 10 000 — при отношении грунта к воде 1:10.

$V_2$  — объем пробы вытяжки, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

12,2 — молярная масса эквивалента магния, г/моль.

Результат анализа выражают в миллионных долях.

2.4.3. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности  $P=0,95$  результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляют:

14% — при определении кальция;

17,5% — при определении магния.

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Сущность метода заключается в измерении селективного поглощения свободными атомами кальция и магния резонансного излучения, испускаемого лампой с полым катодом, содержащим определяемый элемент. Для атомизации используют пламя состава ацетилен—воздух или пропан—бутан—воздух. Для предотвращения образования в пламени труднодиссоциируемых соединений кальция и магния с сопутствующими элементами в анализируемый раствор вводят избыток стронция.

#### 3.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр. Допускается использование газовой смеси состава ацетилен—воздух и пропан—бутан—воздух.

Лампы с полым катодом для определения кальция и магния.

Дозаторы или пипетки и бюретки для отмеривания 1; 5 и 25 см<sup>3</sup> раствора, исполнение 1 по ГОСТ 20292.

Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup>, исполнение 1 по ГОСТ 20292.



Продолжение

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
при отношении грунта и воды 1:5	0	125	250	375	500	750	1000	1250
при отношении грунта и воды 1:10	0	250	500	750	1000	1500	2000	2500
Массовая концентрация магния в растворе сравнения, г/дм <sup>3</sup>	0	0,005	0,010	0,015	0,020	0,030	0,040	0,050
В пересчете в массовую долю магния в грунте, млн <sup>-1</sup> (мг/кг):								
при отношении грунта и воды 1:5	0	25	50	75	100	150	200	250
при отношении грунта и воды 1:10	0	50	100	150	200	300	400	500

Растворы сравнения хранят не более 1 мес.

3.2.2. Приготовление запасного раствора хлористого стронция

(100,0±1,0) г хлористого 6-водного стронция помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют примерно в 400 см<sup>3</sup> воды, приливают 400 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора до метки водой.

Раствор хранят не более 1 года.

3.2.3. Приготовление рабочего раствора хлористого стронция

500 см<sup>3</sup> запасного раствора хлористого стронция смешивают с 4500 см<sup>3</sup> воды.

Раствор хранят не более 1 года.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

3.3.2. Определение кальция и магния с использованием газовой смеси состава ацетилен—воздух.

В технологические емкости или пробирки отбирают по 1 см<sup>3</sup> растворов сравнения и фильтратов. К пробам приливают по 25 см<sup>3</sup> рабочего раствора хлористого стронция. Растворы перемешивают, вводят в пламя и регистрируют показания прибора.

Кальций определяют по поглощению линии 422,7 нм, магний — 285,2 нм.

3.3.3. Определение кальция и магния с использованием газовой смеси состава пропан—бутан—воздух

В пробирки или технологические емкости отбирают по 1 см<sup>3</sup> растворов сравнения и фильтратов. К пробам приливают по 5 см<sup>3</sup> рабочего раствора хлористого стронция. Растворы перемешивают, вводят в пламя и регистрируют показания прибора. При определении магния наконечник горелки ставят под углом 30° к лучу от лампы с полым катодом, чтобы снизить поглощение и войти в рабочий диапазон измерений.

#### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0.

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии, проходящей через начало координат. По градуировочному графику определяют массовую долю кальция и магния в грунте. Результат анализа выражают в миллионных долях.

3.4.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности  $P=0,95$  результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляют:

15% — в диапазоне концентраций кальция до 500 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

7% — свыше 500 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 1000 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

21% — в диапазоне концентраций магния до 40 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 80 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

15% — свыше 40 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 80 млн<sup>-1</sup> (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

### 4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

Сущность метода заключается в получении окрашенного соединения магния с титановым желтым в щелочной среде и последующем фотометрировании окрашенного раствора. Для устранения влияния сопутствующих элементов используется триэтаноламин. Коагуляцию окрашенного соединения магния предотвращают с помощью поливинилового спирта или желатины.



**4.1. Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292.

25 Дозаторы или пипетки и бюретки для отмеривания 1,0; 2,5 и см<sup>3</sup> раствора, исполнение 1 по ГОСТ 20292.

Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Емкости технологические или колбы конические вместимостью не менее 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная.

25 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 2$  моль/дм<sup>3</sup> (2 н).

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Магния окись по ГОСТ 4526.

Спирт поливиниловый или желатина.

Триэтаноламин, разбавленный дистиллированной водой 1:4.

Титановый желтый, индикатор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

**4.2. Подготовка к анализу**

4.2.1. Приготовление раствора титанового желтого с массовой концентрацией 0,5 г/дм<sup>3</sup>

(0,50±0,01) г титанового желтого помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике не более 1 недели.

4.2.2. Приготовление раствора поливинилового спирта с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают (2,0±0,1) г поливинилового спирта, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, закрывают колбу резиновой пробкой с клапаном Бунзена и нагревают на водяной бане при периодическом перемешивании до полного растворения поливинилового спирта. Если раствор получается мутным, его фильтруют.

Раствор хранят не более 1 мес. При появлении мути раствор следует профильтровать.

4.2.3. Приготовление раствора желатины с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>

( $0,50 \pm 0,01$ ) г желатины помещают в коническую колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $100 \text{ см}^3$  воды, закрывают колбу резиновой пробкой с клапаном Бунзена и нагревают на водяной бане при периодическом перемешивании до полного растворения желатин<sup>1</sup>.

Раствор готовят в день проведения анализа.

4.2.4. Приготовление раствора хлористого кальция молярной концентрации  $c(1/2 \text{ CaCl}_2) = 0,6 \text{ моль/дм}^3$  (0,6 н)

( $30,02 \pm 0,01$ ) г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при температуре  $105^\circ\text{C}$ , помещают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , приливают  $120 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и после полного растворения навески доводят объем до метки водой.

Раствор хранят не более 1 года.

4.2.5. Приготовление окрашивающего раствора

В мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  помещают  $8,5 \text{ см}^3$  раствора хлористого кальция молярной концентрации  $c(1/2 \text{ CaCl}_2) = 0,6 \text{ моль/дм}^3$ , приливают примерно  $600 \text{ см}^3$  воды, прибавляют  $12 \text{ см}^3$  раствора гидроксиламина гидрохлорида с массовой концентрацией  $50 \text{ г/дм}^3$ ,  $25 \text{ см}^3$  триэтаноламина, разбавленного водой 1:4,  $50 \text{ см}^3$  раствора титанового желтого с массовой концентрацией  $0,5 \text{ г/дм}^3$  и  $5 \text{ см}^3$  раствора поливинилового спирта с массовой концентрацией  $20 \text{ г/дм}^3$  или  $50 \text{ см}^3$  раствора желатины с массовой концентрацией  $5 \text{ г/дм}^3$ . Объем раствора доводят до метки водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

4.2.6. Приготовление растворов сравнения

Растворы сравнения готовят по п. 3.2.1.

### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

4.3.2. Определение магния

Отбирают по  $2 \text{ см}^3$  растворов сравнения и анализируемых вытяжек в технологические емкости или конические колбы. К пробам прибавляют по  $50 \text{ см}^3$  окрашивающего раствора. Затем при непрерывном перемешивании по каплям прибавляют  $5 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия молярной концентрации  $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ моль/дм}^3$  (2 н). Окрашенные растворы фотометрируют не ранее, чем через 20 мин и не позднее, чем через 1 ч после прибавления раствора гидроксида натрия. Фотометрирование проводят в кювете с толщиной слоя 3 см относительно раствора сравнения № 1 при длине

волны 545 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 520—560 нм.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0.

Градуировочный график имеет параболический характер и проходит через начало координат. По градуировочному графику определяют массовую долю магния в анализируемом грунте. Результат анализа выражают в миллионных долях.

4.4.2. Допускаемое относительное отклонение при доверительной вероятности  $P=0,95$  результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляет 17%.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

С. Г. Самохвалов (руководитель темы), канд. с.-х. наук;  
Н. В. Соколова; Н. В. Василевская, канд. с.-х. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта СССР от 23.12.88 № 4568

3. СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ — 1993 г.

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 20292—74	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ 24104—88	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4140—74	3.1	ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1; 4.1
ГОСТ 4328—77	2.1; 4.1	ГОСТ 27753.0—88	Вводная часть;
ГОСТ 4526—75	3.1; 4.1		3.2.1.3;
ГОСТ 4530—76	3.1; 4.1		3.4.1; 4.5.1
ГОСТ 5456—79	2.1; 4.1	ГОСТ 27753.1—88	1
ГОСТ 6709—72	2.1; 3.1; 4.1	ГОСТ 27753.2—88	2.3.1; 3.3.1; 4.3.1
ГОСТ 8864—71	2.1		