

ж ГОСТ 26487—85 Почвы. Определение обменного кальция и обменного (подвижного) магния методами ЦИНАО

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 1.3.1 Пункт 3.3.4	20 мг/дм <sup>3</sup> Прибавляют 12 см <sup>3</sup> раствора гидроксиламина гидрохлорида 5 %, 25 см <sup>3</sup> разбавленного 1:4 триэтанолamina, 5 см <sup>3</sup> раствора поливинилового спирта или 50 см <sup>3</sup> раствора желатина	20 мг/см <sup>3</sup> Прибавляют 12 см <sup>3</sup> раствора гидроксиламина гидрохлорида, 25 см <sup>3</sup> разбавленного 1:4 триэтанолamina, 5 см <sup>3</sup> раствора поливинилового спирта или 10 см <sup>3</sup> раствора желатина и 50 см <sup>3</sup> раствора титанового желтого

(ИУС № 8 1986 г.)

**ПОЧВЫ****Определение обменного кальция и обменного (подвижного) магния методами ЦИНАО**

Soils. Determination of exchangeable calcium and exchangeable (mobile) magnesium by CINAO methods

**ГОСТ  
26487-85**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 820 срок действия установлен

с 01.07.86  
до 01.07.96**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения обменного кальция и обменного (подвижного) магния в почвах, вскрышных и вмещающих породах при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на анализ проб карбонатных, загипсованных и засоленных горизонтов почв.

Суммарная относительная погрешность составляет:

для атомно-абсорбционного и комплексонометрического методов определения кальция:

17% — для количества эквивалентов кальция до 1 ммоль в 100 г почвы, 9% — св. 1 до 5 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 5 ммоль в 100 г почвы;

для атомно-абсорбционного и комплексонометрического методов определения магния:

20% — для количества эквивалентов магния до 0,2 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 0,2 до 2 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 2 ммоль в 100 г почвы;

для фотометрического метода определения магния:

10% — для количества эквивалентов магния до 5 ммоль в 100 г почвы, 7,5% — св. 5 ммоль в 100 г почвы.



## 1. АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Сущность метода заключается в извлечении обменного кальция и обменного (подвижного) магния из почвы раствором хлористого калия и последующем измерении поглощения света свободными атомами определяемых элементов, образующимися в пламени при введении в него анализируемого раствора. Для устранения влияния сопутствующих элементов, образующих с кальцием или магнием труднодиссоциируемые в пламени соединения, в атомизируемые растворы вводят избыток стронция.

Определение кальция проводят по аналитической линии 422,7 нм, магния — 285,2 нм.

### 1.1. Метод отбора проб

1.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

### 1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с лампами с полым катодом для определения кальция и магния (допускается использование газовой смеси состава пропан—бутан—воздух и ацетилен—воздух);

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;

стаканы химические вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., концентрированную и раствор с массовой долей 25%;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации с (KCl) = 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.);

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.;

окись магния по ГОСТ 4526—75, ч.д.а.;

стронций 6-водный хлористый по ГОСТ 4140—74, ч.д.а.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

### 1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. Приготовление запасного раствора стронция массовой концентрации 20 мг/дм<sup>3</sup>

60,8 г 6-водного хлористого стронция, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 600 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают 250 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

### 1.3.2. Приготовление рабочего раствора стронция

1 объем запасного раствора хлористого стронция смешивают с 8 объемами дистиллированной воды.

Раствор готовят в день проведения анализа.

### 1.3.3. Приготовление раствора кальция концентрации $c(1/2 \text{Ca}^{2+}) = 0,6$ моль/дм<sup>3</sup> (0,6 н.)

30,02 г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105°C, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 120 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и после полного растворения навески приливают 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. В раствор добавляют 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

### 1.3.4. Приготовление раствора магния концентрации $c(1/2 \text{Mg}^{2+}) = 0,2$ моль/дм<sup>3</sup> (0,2 н.)

4,031 г окиси магния, прокаленной до постоянной массы при температуре 500°C, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25% и после полного растворения навески приливают 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Добавляют в раствор 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

Допускается приготовление растворов по пп. 1.3.3 и 1.3.4 в общей мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Масса хлористого калия, добавляемого в раствор, должна при этом составлять 75 г.

### 1.3.5. Приготовление раствора кальция концентрации $c(1/2 \text{Ca}^{2+}) = 0,15$ моль/дм<sup>3</sup> (0,15 н.)

250 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 1.3.3, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> доводят объем до метки.

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

### 1.3.6. Приготовление раствора магния концентрации $c(1/2 \text{Mg}^{2+}) = 0,05$ моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.)

250 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 1.3.4, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> доводят объем до метки.

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

Допускается приготовление растворов по пп. 1.3.5 и 1.3.6 в общей мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

### 1.3.7. Приготовление растворов сравнения

1.3.7.1. *Приготовление растворов сравнения для анализа проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, а также легких по механическому составу*

В мерные колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают указанные в табл. 1 объемы растворов, приготовленных по пп. 1.3.5 и 1.3.6. Объемы растворов в колбах доводят до метки раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем растворов, приготовленных по пп. 1.3.5 и 1.3.6, см <sup>3</sup>	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация кальция с (1/2 Са <sup>2+</sup> ): в растворе сравнения, ммоль/дм <sup>3</sup>	0	1,2	2,4	4,8	7,2	9,6	12,0	14,4
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	0,3	0,6	1,2	1,8	2,4	3,0	3,6
Концентрация магния с (1/2 Mg <sup>2+</sup> ): в растворе сравнения, ммоль/дм <sup>3</sup>	0	0,4	0,8	1,6	2,4	3,2	4,0	4,8
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2

1.3.7.2. *Приготовление растворов сравнения для анализа проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями*

В мерные колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают указанные в табл. 2 объемы растворов, приготовленных по пп. 1.3.3 и 1.3.4. Объемы растворов в колбах доводят до метки раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Растворы сравнения для определения кальция и магния допускается готовить в общих колбах и отдельно.

Растворы сравнения, приготовленные по пп. 1.3.7.1 и 1.3.7.2, используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрофотометра в день проведения анализа.

## 1.4. Проведение анализа

### 1.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

Таблица 2

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем растворов, приготовленных по пп. 1.3.3 и 1.3.4, см <sup>3</sup>	0	5	10	20	30	40	50	60
Концентрация кальция с (1/2 Ca <sup>2+</sup> ): в растворе сравнения, ммоль/дм <sup>3</sup>	0	12	24	48	72	96	120	144
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	3	6	12	18	24	30	36
Концентрация магния с (1/2 Mg <sup>2+</sup> ): в растворе сравнения, ммоль/дм <sup>3</sup>	0	4	8	16	24	32	40	48
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	1	2	4	6	8	10	12

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

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

При анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, в химические стаканы отбирают по 5 см<sup>3</sup> фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.1, и приливают по 50 см<sup>3</sup> рабочего раствора стронция.

При анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями, в химические стаканы дозатором или пипеткой отбирают по 2 см<sup>3</sup> фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.2, и приливают по 50 см<sup>3</sup> рабочего раствора стронция.

Полученные растворы вводят в пламя и измеряют поглощение света по аналитической линии 422,7 нм при определении кальция и по аналитической линии 285,2 нм при определении магния.

При определении магния наконечник горелки устанавливают под углом 30° к лучу от лампы с полым катодом.

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

При анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, отбирают по 1 см<sup>3</sup> фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.1, и приливают по 50 см<sup>3</sup> рабочего раствора стронция.

При анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями, отбирают по 0,2 см<sup>3</sup> фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.2, и приливают по 50 см<sup>3</sup> рабочего раствора стронция.



Полученные растворы вводят в пламя и измеряют поглощение света по аналитической линии 422,7 нм при определении кальция и 285,2 нм при определении магния.

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

### 1.5. Обработка результатов

1.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации кальция или магния в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания атомно-абсорбционного спектрофотометра.

Количество эквивалентов кальция или магния в анализируемой почве находят непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения кальция или магния.

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

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

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

25% — для количества эквивалентов кальция до 1 ммоль в 100 г почвы, 12,5% — св. 1 до 5 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 5 ммоль в 100 г почвы;

30% — для количества эквивалентов магния до 0,2 ммоль в 100 г почвы, 15% — св. 0,2 до 2 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 2 ммоль в 100 г почвы.

## 2. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Сущность метода заключается в титровании кальция трилоном Б при pH 12,5—13,0 с использованием в качестве индикатора хрома кислотного темно-синего или мурексида и магния при pH около 10 с использованием в качестве индикатора хрома кислотного темно-синего.

Метод не пригоден для определения кальция и магния с хромом кислотным темно-синим в вытяжках с pH ниже 4,5.

## 2.1. Метод отбора проб

2.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

## 2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

2.2.1. Для проведения анализа применяют:

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;

мешалку магнитную;

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;

стаканы химические вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

аммиак водный по ГОСТ 3769—79, ч.д.а.;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, ч.д.а.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>;

гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а., раствор массовой концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>;

натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, ч.д.а.;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.;

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты двуводную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, ч.д.а. или стандарт-титр, с (1/2 Na<sub>2</sub> ЭДТА) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.);

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., разбавленную дистиллированной водой 1:1 и 1:4;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а.;

спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 18300—72, разбавленный дистиллированной водой 1:4;

хром кислотный темно-синий, индикатор;

мурексид, индикатор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

## 2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление раствора кальция концентрации с (1/2 Ca<sup>2+</sup>) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.)

2,502 г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105 °С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1 дистиллированной водой. После полного растворения навески дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

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

2.3.2. Приготовление раствора магния концентрации с (1/2 Mg<sup>2+</sup>) = 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (0,025 н.)



В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 0,504 г окиси магния, прокаленной до постоянной массы при температуре 500 °С и взвешенной с погрешностью не более 0,001 г, и приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой 1:1. После полного растворения навески дистиллированной водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

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

### 2.3.3. Приготовление хлоридно-аммиачного буферного раствора

20 г хлористого аммония растворяют примерно в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают 100 см<sup>3</sup> водного аммиака и дистиллированной водой доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup>.

### 2.3.4. Приготовление раствора хрома кислотного темно-синего с массовой концентрацией 5 мг/см<sup>3</sup>

0,5 г хрома кислотного темно-синего взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> хлоридно-аммиачного буферного раствора и доводят объем до метки этиловым спиртом, разбавленным 1:4 дистиллированной водой.

Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой не более 6 мес.

### 2.3.5. Приготовление раствора трилона Б концентрации $c(1/2 \text{ Na}_2 \text{ ЭДТА}) = 0,05$ моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.)

9,3 г трилона Б взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Точную концентрацию раствора устанавливают титрованием. Для этого в химический стакан отбирают по 5 см<sup>3</sup> раствора кальция и раствора магния, приготовленных по пп. 2.3.1 и 2.3.2. Стакан помещают на магнитную мешалку и при перемешивании добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 0,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина гидрохлорида, 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, несколько кристаллов диэтилдитиокарбамата натрия, 2—3 капли раствора хрома кислотного темно-синего и титруют кальций до перехода розовой окраски в сиреневую. Затем нейтрализуют оттитрованный раствор соляной кислотой, разбавленной 1:4 дистиллированной водой до исходной розовой окраски, стараясь, чтобы избыток кислоты не превышал 1—2 капель. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> хлоридно-аммиачного буферного раствора и титруют магний раствором трилона Б до перехода розовой окраски в синюю.

Аналогично титруют холостую пробу. При отсутствии магнитной мешалки титрование проводят в конической колбе, титруемый раствор перемешивают вручную.

Если трилон Б используют только для определения кальция, концентрацию устанавливают по раствору кальция. В качестве индикатора используют хром кислотный темно-синий или мурексид.

Точную концентрацию раствора трилона Б с ( $1/2 \text{ Na}_2 \text{ ЭДТА}$ ) по кальцию или магнию ( $X$ ) в моль/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot 5}{V - V_0},$$

где  $c$  — концентрация раствора кальция с ( $1/2 \text{ Ca}^{2+}$ ) или магния с ( $1/2 \text{ Mg}^{2+}$ ), моль/дм<sup>3</sup>;

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

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора кальция или магния, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование холостой пробы, см<sup>3</sup>.

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

#### 2.4. Проведение анализа

##### 2.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

##### 2.4.2. Определение кальция

В химический стакан или коническую колбу отбирают 5 см<sup>3</sup> фильтрата при анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями, или 10 см<sup>3</sup> фильтрата при анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями. Пробу разбавляют дистиллированной водой примерно до объема 50 см<sup>3</sup> и прибавляют при непрерывном перемешивании 0,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина гидрохлорида, 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, несколько кристаллов диэтилдитиокарбамата натрия, 2—3 капли раствора хрома кислотного темно-синего или 10—15 мг смеси мурексида с хлористым калием и титруют кальций раствором трилона Б до перехода розовой окраски в сиреневую. Аналогично титруют холостую пробу. По окончании титрования регистрируют расход трилона Б по бюретке.

##### 2.4.3. Определение магния

После титрования кальция в присутствии хрома кислотного темно-синего оттитрованный раствор подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:4 дистиллированной водой, до перехода к исходной розовой окраске, стараясь, чтобы избыток кислоты не превышал 1—2 капель. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> хлоридно-аммиачного буферного раствора и титруют магний раствором трилона Б до перехода окраски от розовой к синей. Аналогично титруют холостую пробу.

## 2.5. Обработка результатов

2.5.1. Количество эквивалентов кальция или магния в анализируемой почве ( $X$ ) в миллимолях в 100 г почвы вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot c \cdot 250}{V_1},$$

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

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

$c$  — концентрация раствора трилона Б с (1/2 Na<sub>2</sub> ЭДТА) по кальцию или магнию, ммоль/см<sup>3</sup>;

250 — коэффициент пересчета на 100 г почвы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем пробы вытяжки, взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

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

25% для количества эквивалентов кальция до 1 ммоль в 100 г почвы, 12,5% — св. 1 до 5 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 5 ммоль в 100 г почвы;

30% для количества эквивалентов магния до 0,2 ммоль в 100 г почвы, 15% — св. 0,2 до 2 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 2 ммоль в 100 г почвы.

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАГНИЯ

Сущность метода заключается в извлечении обменного (подвижного) магния из почвы раствором хлористого калия, получении окрашенного соединения магния с титановым желтым в щелочной среде и последующем фотометрировании окрашенных растворов. Для устранения влияния сопутствующих элементов используется триэтаноламин. Коагуляцию окрашенного соединения магния предотвращают с помощью поливинилового спирта или желатина.

### 3.1. Метод отбора проб

3.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

### 3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

3.2.1. 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;

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

колбы конические вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82; кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 25%;

натрия гидроокись по ГОСТ 4526—75, ч.д.а., раствор концентрации с (NaOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup> (2 н.);

гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч.д.а., раствор массовой концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х.ч.;

окись магния по ГОСТ 4526—75, ч.д.а.;

спирт поливиниловый или желатин;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а.;

триэтаноламин, разбавленный дистиллированной водой 1:4;

титановый желтый, индикатор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

### 3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление раствора титанового желтого массовой концентрации 0,5 г/дм<sup>3</sup>

0,5 г титанового желтого, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой в холодильнике не более недели.

3.3.2. Приготовление раствора поливинилового спирта массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>

В коническую колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 20 г поливинилового спирта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, приливают 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, закрывают колбу резиновой пробкой с клапаном Бунзена и нагревают на водяной бане при периодическом помешивании до полного растворения поливинилового спирта. Если раствор получается мутным, его фильтруют через бумажный фильтр.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 мес. При появлении мути раствор следует профильтровать.

Допускается вместо раствора поливинилового спирта использовать раствор желатина массовой концентрации 5 г/дм<sup>3</sup>, приготовленный в день проведения анализа.

3.3.3. Приготовление раствора кальция концентрации с ( $\frac{1}{2} \text{Ca}^{2+}$ ) = 0,6 моль/дм<sup>3</sup> (0,6 н.)

Готовят по п. 1.3.3.

3.3.4. Приготовление окрашивающего раствора

В мерную колбу помещают 8,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого кальция концентрации  $c(1/2 \text{Ca}^{2+}) = 0,6$  моль/дм<sup>3</sup> и разбавляют примерно до 600 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Прибавляют 12 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina гидрохлорида 5%, 25 см<sup>3</sup> разбавленного 1:4 триэтанолamina, 5 см<sup>3</sup> раствора поливинилового спирта или 50 см<sup>3</sup> раствора желатина. Раствор тщательно перемешивают после прибавления каждого реактива. Объем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3.5. Приготовление раствора магния концентрации  $c(1/2 \text{Mg}^{2+}) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup> (0,2 н.)

Готовят по п. 1.3.4.

3.3.6. Приготовление раствора магния концентрации  $c(1/2 \text{Mg}^{2+}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.)

Готовят по п. 1.3.6.

3.3.7. Приготовление растворов сравнения

Готовят по пп. 1.3.7.1 и 1.3.7.2.

### 3.4. Проведение анализа

3.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

3.4.2. Определение магния

В конические колбы отбирают по 2 см<sup>3</sup> фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.1 при анализе проб почвенных горизонтов, не насыщенных основаниями, и по 0,2 см<sup>3</sup> фильтратов и растворов сравнения, приготовленных по п. 1.3.7.2 при анализе проб почвенных горизонтов, насыщенных основаниями. К пробам прибавляют по 40 см<sup>3</sup> окрашивающего реактива и перемешивают растворы. Затем при непрерывном перемешивании приливают по 4 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия.

Окрашенные растворы не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 1 ч после прибавления раствора гидроокиси натрия фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 3 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 545 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 520—560 нм.

### 3.5. Обработка результатов

3.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации магния в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора.

Количество эквивалентов магния в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из него результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение пов-



торяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения магния. Результат выражают в миллимолях в 100 г почвы с округлением до второго десятичного знака при содержании магния до 10 ммоль в 100 г почвы и до первого десятичного знака при содержании магния свыше 10 ммоль в 100 г почвы.

3.5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности  $P=0,95$  составляют 15% для количества эквивалентов магния до 5 ммоль в 100 г почвы, 10% — св. 5 ммоль в 100 г почвы.

---