

**ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ  
ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА**

Методы определения подвижных форм железа

Peat and products of its processing for agriculture.  
Methods for determination of mobile forms  
of iron**ГОСТ****27894.7—88**

ОКСТУ 0309

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.2000**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на торф и продукты его переработки для сельского хозяйства и устанавливает методы определения подвижных форм железа.

Сущность методов заключается в извлечении подвижных соединений двух- и трехвалентного железа из торфа и торфяной продукции раствором соляной кислоты концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,2$  моль/дм<sup>3</sup> с последующим определением в вытяжке железа на фотоэлектроколориметре с помощью роданида калия (аммония) или с использованием сульфосалициловой кислоты.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли подвижных форм железа испытания проводят по сульфосалициловому методу.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27894.0.

**2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ ЖЕЛЕЗА С ПОМОЩЬЮ  
РОДАНИДА КАЛИЯ (ИЛИ АММОНИЯ)****2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

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

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, раствор концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

Калий роданистый по ГОСТ 4139 или аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 0,3 %.

Соль Мора по ГОСТ 4208.

Основной образцовый раствор А соли Мора.

Рабочий образцовый раствор Б соли Мора.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление раствора роданистого калия (KCNS)— (роданистого аммония NH<sub>4</sub>CNS) с массовой долей 10 %.*

Навеску массой (100,0±0,1) г калия роданистого (аммония роданистого) растворяют в 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

2.2.2. *Приготовление раствора азотной кислоты (HNO<sub>3</sub>)*

30 см<sup>3</sup> азотной кислоты плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащую 50—60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, и доводят объем до метки водой.

2.2.3. *Приготовление раствора калия марганцовокислого с массовой долей 0,3 %*

Навеску массой (3,0±0,1) г KMnO<sub>4</sub> растворяют в 1 дм<sup>3</sup> кипяченной и охлажденной дистиллированной воды, после чего раствор выдерживают две недели (лучше готовить из стандарт-титра). Раствор следует хранить в темной посуде.

2.2.4. *Приготовление основного образцового раствора А соли Мора (FeSO<sub>4</sub>·(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O) массовой концентрации 0,1 мг/см<sup>3</sup>*

Навеску массой (0,7022±0,0002) г соли Мора растворяют в 500—600 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, подкисляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и переводят закисную форму железа в окисную добавлением раствора марганцовокислого калия (до слабо-розовой окраски от прибавления одной капли), после чего доливают дистиллированной водой до метки. Этот раствор содержит 0,1 мг железа (Fe) в 1 см<sup>3</sup> (или 0,143 мг Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Допускают приготовление раствора из стандарт-титра.

2.2.5. *Приготовление рабочего образцового раствора Б соли Мора массовой концентрации 0,01 мг/см<sup>3</sup>*

Из основного образцового раствора А, приготовленного по п. 2.2.4, отбирают пипеткой 100 см<sup>3</sup> и разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1 дм<sup>3</sup>. В 1 см<sup>3</sup> рабочего раствора Б содержится 0,01 мг железа (или 0,0143 мг Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

2.2.6. *Приготовление шкалы рабочих образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из рабочего раствора Б готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают из бю-

ретки количество раствора, указанное в табл. 1, доливают дистиллированной водой примерно до 80 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 5 см<sup>3</sup> роданистого калия, доводят водой до метки, перемешивают. Колориметрирование производят сразу же после перемешивания и заканчивают в течение 15—30 мин.

Измерение оптической плотности растворов производят на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 400—440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 и 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. На основании показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс значения массы железа в миллиграммах, по оси ординат — соответствующие ей значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

Таблица 1

Номер колбы эталонного раствора	Объем раствора В, см <sup>3</sup>	Масса железа (Fe) в 100 см <sup>3</sup> эталонного раствора, мг
1	1	0,01
2	2	0,02
3	4	0,04
4	8	0,08
5	16	0,16
6	24	0,24
7	32	0,32

### 2.3. Проведение испытания

Навеску массой  $(5,00 \pm 0,01)$  г торфа переносят в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 250 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 н), перемешивают и настаивают 18—20 ч. Суспензию фильтруют через беззольный фильтр, пипеткой отбирают 1—5 см<sup>3</sup> фильтрата, переносят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, хорошо перемешивают и по каплям добавляют раствор марганцовокислого калия с массовой долей 0,3 % до образования исчезающей слабо-розовой окраски от одной капли раствора  $\text{KMnO}_4$ . Затем раствор разбавляют дистиллированной водой до 80—90 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> роданистого калия, доливают дистиллированной водой до метки, перемешивают и определяют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре так же, как при построении градуировочного графика (п. 2.2.6). При получении интенсивной окраски раствора необходимо определение железа повторить, предварительно разбавив испытуемый раствор в 2—5 раз дистиллированной водой. В расчетах следует учесть поправку на разбавление.

Для испытаний можно использовать солянокислый фильтрат, полученный из торфа или продуктов переработки торфа при определении подвижных форм фосфора.

По измеренному значению оптической плотности раствора находят по градуировочному графику массовую долю железа ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) в миллиграммах.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массу подвижных форм железа в пересчете на оксид железа ( $X$ ) в миллиграммах на 100 г торфа при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot K' \cdot 1,43 \cdot 100}{V \cdot m_1}$$

где  $m$  — масса Fe, соответствующая на градуировочном графике отсчету на фотоэлектроколориметре, мг;

250 — объем раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 н), приливаемой к исследуемой навеске, см<sup>3</sup>;

$K'$  — поправка на разбавление;

1,43 — коэффициент перевода содержания Fe в  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ;

$V$  — объем вытяжки, взятый на определение, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески торфа, г.

2.4.2. Массу подвижных форм железа в пересчете на оксид железа ( $X_1$ ) в миллиграммах на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X - 100}{100 - W}$$

где  $W$  — массовая доля влаги в торфе, %.

2.4.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Масса подвижных форм железа ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	мг Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
До 100	15	30
От 100 > 200	25	50
> 200 > 500	40	75
Св. 500	60	100

### 3. СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ ЖЕЛЕЗА

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 4-го класса точности по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

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

Кислота сульфосалициловая двуводная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 25 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Квасцы железоаммонийные

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор с массовой долей 5 %.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 5 %.

#### 3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>S·2H<sub>2</sub>O) с массовой долей 25 %*

Навеску массой (25,0±0,1) г сульфосалициловой кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, раствор фильтруют и хранят в темной склянке с притертой пробкой.

3.2.2. *Приготовление раствора натрия гидроксида (NaOH) с массовой долей 10 %*

Навеску массой (100,0±0,1) г NaOH помещают в термостойкую колбу или фарфоровый стакан и растворяют в 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды при постоянном перемешивании содержимого.

3.2.3. *Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 5 %*

29,3 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> приливают к 500—600 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

3.2.4. *Приготовление раствора гидроксиламина солянокислого (NH<sub>2</sub>OH·HCl) с массовой долей 5 %*

Навеску массой (5,0±0,1) г гидроксиламина солянокислого растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки водой.

3.2.5. *Приготовление основного образцового раствора А железоаммонийных квасцов (FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O) массовой концентрации Fe 0,1 мг/см<sup>3</sup>*

Навеску массой (0,4318±0,0002) г железоаммонийных квасцов обрабатывают раствором серной кислоты с массовой долей 5 % в мерной колбе вместимостью 0,5 дм<sup>3</sup>, добавляют 1 каплю азотной

пипеткой плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup> и объем раствора доводят до метки раствором серной кислоты с массовой долей 5%.

Раствор А содержит 0,1 мг железа (Fe) в 1 см<sup>3</sup> (или 0,143 мг Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

### 3.2.6. Приготовление раствора Б железоаммонийных квасцов массовой концентрации Fe 0,01 мг/см<sup>3</sup>

Из раствора А, приготовленного по п. 3.2.5, отбирают пипеткой 100 см<sup>3</sup> и разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1 дм<sup>3</sup>.

В 1 см<sup>3</sup> рабочего раствора Б содержится 0,01 мг железа (или 0,0143 мг Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

### 3.2.7. Приготовление шкалы рабочих образцовых растворов и построение градуировочного графика

Из раствора Б готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают из бюретки количество растворов, указанное в табл. 1, в каждую колбу прибавляют по 5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 25%, добавляют по каплям раствор водного аммиака с массовой долей 25% до слабого запаха или раствор гидроксида натрия с массовой долей 10% до неизменяющейся желтой окраски, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Измерение оптической плотности растворов производят на фотоэлектродетекторе с синим светофильтром при длине волны 406—440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 и 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. На основании отсчетов прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс массу железа в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие ей значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

### 3. Проведение испытания

Навеску массой (5,00±0,01) г торфа переносят в колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 250 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 н), перемешивают и настаивают 18—20 ч. Суспензию фильтруют через беззольный фильтр, пипеткой отбирают 1—20 см<sup>3</sup> фильтрата (в зависимости от ожидаемого количества железа), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 25%, 5 капель солянокислого гидроксиламина с массовой долей 5% и по каплям раствор водного аммиака с массовой долей 25% или раствор гидроксида натрия с массовой долей 10% до получения устойчивой желтой окраски, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой, перемешивают и определяют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектродетекторе согласно п. 3.2.7.

Для испытаний можно использовать солянокислый фильтрат, полученный из торфа или продуктов переработки торфа при определении подвижных форм фосфора.

#### 3.4. Обработка результатов

Обработку результатов производят в соответствии с п. 2.4.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством топливной промышленности РСФСР

#### ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Кузнецова (руководитель разработки), канд. биол. наук; Б. П. Морозов (руководитель темы); В. Н. Булганина, канд. техн. наук; А. А. Веденина, канд. с.-х. наук; Г. П. Симонова, канд. биол. наук; И. А. Карлина; Л. И. Розанова; В. М. Петрович (руководитель разработки); Т. В. Агеева; Н. К. Шорох; О. А. Краснова

### 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.11.88 № 3771

### 3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

### 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2 1
ГОСТ 3760—79	3 1
ГОСТ 4139—75	2 1
ГОСТ 4204—77	2 1, 3 1
ГОСТ 4208—72	2 1
ГОСТ 4328—77	3 1
ГОСТ 4461—77	2 1 3 1
ГОСТ 4478—78	3 1
ГОСТ 5456—79	3 1
ГОСТ 12083—78	2 1, 3 1
ГОСТ 20490—75	2 1
ГОСТ 24104—88	2 1, 3 1
ГОСТ 27067—86	2 1
ГОСТ 27894 0—88	1