

26213-91



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА

ГОСТ 26213—91

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 4—92/367



КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением «Союзсельхозхимия»

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. М. Державин, С. Г. Самохвалов (руководитель разработки), Н. В. Соколова, А. Н. Орлова, К. А. Хабарова, В. Г. Прижукова, С. Я. Приваленкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2389

3. Срок проверки — 1996 г.

4. ВЗАМЕН ГОСТ 26213—84

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 17.4.3.01—83	1.1.1, 2.1
ГОСТ 17.4.4.02—84	1.1.1, 2.1
ГОСТ 195—77	1.2
ГОСТ 4148—78	1.2
ГОСТ 4204—77	1.2
ГОСТ 4208—72	1.2
ГОСТ 4220—75	1.2
ГОСТ 23932—79	1.2
ГОСТ 24363—80	1.2
ГОСТ 27784—88	2.2, 2.3, 2.4, 2.5.1, 2.5.3
ГОСТ 28168—89	1.1, 2.1
ГОСТ 29269—91	Вводная часть
ТУ 6—09—5313—87	1.2

Редактор Т. И. Василенко

Технический редактор В. Н. Малькова

Корректор Е. И. Морозова

Сдано в наб. 16.03.92. Подп. к печ. 21.07.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,43. Тираж 695 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1077

ПОЧВЫ

Методы определения органического вещества
Soils. Methods for determination of organic matter

ГОСТ
26213—91

ОКСТУ 9709

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и гравиметрический методы определения органического вещества в почвах, вскрышных и вмещающих породах.

Общие требования к проведению анализов — по ГОСТ 29269.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ПО МЕТОДУ
ТЮРИНА В МОДИФИКАЦИИ ЦИНАО

Метод основан на окислении органического вещества раствором двуххромовокислого калия в серной кислоте и последующем определении трехвалентного хрома, эквивалентного содержанию органического вещества, на фотоэлектроколориметре.

Метод не пригоден для проб с массовой долей хлорида более 0,6% и проб с массовой долей органического вещества более 15%.

Предельные значения относительной погрешности результатов анализа для двусторонней доверительной вероятности $P=0,95$ составляют в процентах (отн.):

20 — при массовой доле органического вещества до 3%;

15 — св. 3 до 5%;

10 — св. 5 до 15%.

1.1. Отбор проб

1.1.1. Отбор проб проводят по ГОСТ 28168, ГОСТ 17.4.3.01 и ГОСТ 17.4.4.02 — в зависимости от целей исследований.

1.1.2. Из размолотой почвы или породы отбирают представительную пробу массой 3—5 г для тонкого измельчения. Перед измельчением из пробы удаляют пинцетом видимые невооруженным глазом неразложившиеся корни и растительные остатки. Затем

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

пробу полностью измельчают и пропускают через плетеное сито с отверстиями диаметром 0,25 мм. Для тонкого измельчения используют ступки и измельчительные устройства из фарфора, стали и других твердых материалов.

1.2. Аппаратура и реактивы

Фотоэлектроколориметр.

Баня водяная.

Весы торсионные или другие с погрешностью не более 1 мг.

Пробирки стеклянные термостойкие вместимостью 50 см³ по ГОСТ 23932.

Штатив для пробирок.

Бюретка или дозатор для отмеривания 10 см³ хромовой смеси.

Палочки стеклянные длиной 30 см.

Цилиндр или дозатор для отмеривания 40 см³ воды.

Груша резиновая со стеклянной трубкой или устройство для барботации.

Бюретка вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 1 дм³.

Кружка фарфоровая вместимостью 2 дм³.

Колба коническая вместимостью 1 дм³.

Колбы конические или технологические емкости вместимостью не менее 100 см³.

Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208 или железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Калий марганцовокислый, стандарт-титр для приготовления раствора концентрации $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.).

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195 или натрий сульфит 7-водный по ТУ 6—09 5313.

Кислота серная по ГОСТ 4204 концентрированная и раствор концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3$.

Вода дистиллированная.

Фильтры обеззоленные, синяя лента.

1.3. Подготовка к анализу

1.3.1. Приготовление хромовой смеси

($40,0 \pm 0,1$) г тонкоизмельченного двуххромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, доводя объем до метки, и переливают в фарфоровую кружку. К приготовленному раствору приливают порциями по 100 см³ с интервалом в 10—15 мин 1 дм³ концентрированной серной кислоты. Кружку с раствором накрывают стеклом и оставляют до полного охлаждения.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

1.3.2. Приготовление раствора восстановителя — раствора соли Мора концентрации $c[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \pm 0,1 \text{ моль/дм}^3$ или

раствора железа (II) сернокислого 7-водного концентрации $c(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³

(40,0±0,1) г соли Мора или (27,8±0,1) г 7-водного сернокислого железа (II) растворяют в 700 см³ раствора серной кислоты концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³, фильтруют через двойной складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем до метки водой.

Концентрацию раствора проверяют титрованием по раствору марганцовокислого калия концентрации $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³, приготовленному из стандарт-титра. Для титрования в три конические колбы отмеривают с помощью бюретки по 10 см³ приготовленного раствора восстановителя, приливают по 1 см³ концентрированной серной кислоты, 50 см³ воды и титруют раствором марганцовокислого калия концентрации до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Для вычисления коэффициента поправки используют среднее арифметическое значение результатов трех титрований.

Коэффициент поправки (K) вычисляют по уравнению

$$K = \frac{V_1}{V},$$

где V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

V — объем раствора восстановителя, отобранный для титрования, см³.

Раствор хранят в бутылки из темного стекла, к которой с помощью сифона присоединяют бюретку. Для предохранения раствора от окисления кислородом воздуха к бутылки присоединяют склянку Тищенко с щелочным раствором сернистокислого натрия. Коэффициент поправки проверяют не реже чем через 3 дня.

1.3.3. Приготовление щелочного раствора сернистокислого натрия

(40,0±0,1) г безводного или (80,0±0,1) г 7-водного сернистокислого натрия растворяют в 700 см³ воды. (10,0±0,1) г гидроксида калия растворяют в 300 см³ воды. Приготовленные растворы смешивают.

1.4. Проведение анализа

1.4.1. Окисление органического вещества

Массу пробы почвы или породы для анализа определяют, исходя из предполагаемого содержания органического вещества, по табл. 1.

Пробы почвы или породы взвешивают с погрешностью не более 1 мг и помещают в пробирки, установленные в штативы. К пробам приливают по 10 см³ хромовой смеси. В каждую пробирку помещают стеклянную палочку и тщательно перемешивают пробу с хромовой смесью. Затем штативы с пробирками опускают в

Таблица 1

Массовая доля органического вещества, %	Масса пробы для анализа, мг
До 2	500 — 700
2 — 4	250 — 350
4 — 7	100 — 200
Св. 7	50 — 100

кипящую водяную баню. Уровень воды в бане должен быть на 2—3 см выше уровня хромовой смеси в пробирках. Продолжительность нагревания суспензий — 1 ч с момента закипания воды в бане после погружения в нее пробирок. Содержимое пробирок перемешивают стеклянными палочками через каждые 20 мин. По истечении 1 ч штативы с пробирками помещают в водяную баню с холодной водой. После охлаждения в пробирки приливают по 40 см³ воды. Затем из пробирок вынимают палочки, тщательно перемешивают суспензии барбатацией воздуха и оставляют для оседания твердых частиц и полного осветления надосадочной части раствора. Вместо отстаивания допускается проводить фильтрование суспензий через беззольные фильтры (синяя лента).

1.4.2. Приготовление растворов сравнения

В девять пробирок наливают по 10 см³ хромовой смеси и нагревают их в течение 1 ч в кипящей водяной бане вместе с анализируемыми пробами. После охлаждения в пробирки приливают указанные в табл. 2 объемы дистиллированной воды и раствора восстановителя. Растворы тщательно перемешивают барбатацией воздуха.

Таблица 2

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объем воды, см ³	40	38	36	32	30	25	20	15	10
Объем раствора восстановителя, см ³	0	2	4	8	10	15	20	25	30
Масса органического вещества, эквивалентная объему восстановителя в растворе сравнения, мг	0	1,03	2,07	4,14	5,17	7,76	10,3	12,9	15,5

1.4.3. Фотометрирование растворов

Фотометрирование растворов проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1—2 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 590 нм или используя оранжево-красный светофильтр с максимумом пропускания в области 560—600 нм. Растворы в кювету фотоэлектроколориметра переносят осторожно, не взмучивая осадка.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Массу органического вещества в анализируемой пробе определяют по градуировочному графику. При построении градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массу органического вещества в миллиграммах, соответствующую объему восстановителя в растворе сравнения, а по оси ординат — соответствующее показание прибора.

1.5.2. Массовую долю органического вещества (X) в процентах вычисляют по уравнению

$$X = \frac{m \cdot K}{m_1} \cdot 100,$$

где m — масса органического вещества в анализируемой пробе, найденная по графику, мг;

K — коэффициент поправки концентрации восстановителя;

m_1 — масса пробы, мг;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

1.5.3. Допускаемые относительные отклонения от аттестованного значения стандартного образца для двусторонней вероятности $P=0,95$ указаны в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля органического вещества, %	Допускаемые отклонения, % (отн.)
До 3	20
Св. 3 до 5	15
> 5 > 15	10

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА В ТОРФЯНЫХ И ОТОРФОВАННЫХ ГОРИЗОНТАХ ПОЧВ

Метод основан на определении потери массы пробы после прокаливания при температуре 525°C.

2.1. Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят по ГОСТ 28168, ГОСТ 17.4.3.01 и ГОСТ 17.4.4.02 — в зависимости от целей исследований.

2.2. Аппаратура и реактивы — по ГОСТ 27784.

2.3. Подготовка к анализу — по ГОСТ 27784.

2.4. Проведение анализа — по ГОСТ 27784.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю зольности торфяных, оторфованных и других органических горизонтов почв в процентах вычисляют по ГОСТ 27784.

2.5.2. Массовую долю органического вещества в процентах вычисляют по формуле

$$X = (100 - m),$$

где m — массовая доля зольности, %.

2.5.3. Контроль точности результатов анализов — по ГОСТ 27784.