



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР**

---

**ПОЧВЫ**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБМЕННОГО МАРГАНЦА МЕТОДАМИ ЦИНАО**

**ГОСТ 26486-85**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**РАЗРАБОТАНЫ** Министерством сельского хозяйства СССР

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**Л.М. Державин, С.Г. Самохвалов, Н.В. Соколова, В.Г. Прижукова, А.А. Шаймухаметова, Л.И. Молканова, Т.В. Чукова, Е.Н. Белянина, Г.А. Майорец, Н.П. Межова, А.Л. Еринов, М.Н. Арсеньева, Т.С. Груздева, Н.В. Василевская, В.Н. Сухарева, А.П. Плешкова, Т.А. Яковлева, А.Н. Орлова**

**ВНЕСЕНЫ** Министерством сельского хозяйства СССР

Зам. министра **Н.Ф. Татарчук**

**УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ** Постановлениями Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 820, 821



---

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

---

**ПОЧВЫ****Определение обменного марганца методами ЦИНАО**

Soils. Determination of exchangeable manganese by CINAО methods

**ГОСТ  
26486-85**

---

**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 марганца 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 для фотометрического и атомно-абсорбционного методов составляет 15 % при массовой доле марганца в почве до 7 млн<sup>-1</sup>, 10 % - св. 7 млн<sup>-1</sup>.

**1. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБМЕННОГО МАРГАНЦА**

Сущность метода заключается в извлечении обменного марганца из почвы раствором хлористого калия, получении окрашенного комплекса марганца с формальдоксимом и последующем фотометрировании окрашенного раствора. Влияние сопутствующих элементов устраняют гидросиламином гидрохлоридом и трилоном Б,

**1.1. Метод отбора проб**

1.1.1. Отбор проб - по ГОСТ 26483-85.

**1.2. Аппаратура, материалы и реактивы**

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;

электроплитку;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292-74;

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч. или ч.д.а., разбавленную дистиллированной водой 1 : 4;

аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а., разбавленный дистиллированной водой 1 : 40;

гидросиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456-79, ч.д.а.;

калий марганцовокислый, стандарт-титр  $c (1/5\text{KMnO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.);

калий хлористый по ГОСТ 4234-77, х.ч., раствор концентрации  $c (\text{KCl}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.);

натрий сернистокислый по ГОСТ 429-76, ч.д.а., раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>;

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

формалин;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72;

Документ скачан с портала нормативных документов [www.OpenGost.ru](http://www.OpenGost.ru)



бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026-76.

### 1.3. Подготовка к анализу

#### 1.3.1. Приготовление раствора формальдоксима

20 г гидроксилamina гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют 10 см<sup>3</sup> формалина и дистиллированной водой доводят объем раствора до 500 см<sup>3</sup>.

Раствор готовят в день проведения анализа.

#### 1.3.2. Приготовление раствора гидроксилamina гидрохлорида массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>

Раствор готовят из расчета 100 г гидроксилamina гидрохлорида, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г на 1000 см<sup>3</sup> раствора.

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

#### 1.3.3. Приготовление раствора трилона Б

Раствор готовят из расчета 18,6 г трилона Б, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г на 1000 см<sup>3</sup> раствора.

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

#### 1.3.4. Приготовление маскирующего раствора

1000 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, приготовленного по п. 1.3.3, смешивают с 500 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina гидрохлорида, приготовленного по п. 1.3.2.

Раствор готовят в день проведения анализа.

#### 1.3.5. Приготовление раствора марганца массовой концентрации 1,1 мг/см<sup>3</sup>

Содержимое одной ампулы стандарт-титра для приготовления раствора марганцовокислого калия помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают примерно 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 50 см<sup>3</sup> разбавленной 1 : 4 серной кислоты. Раствор нагревают до температуры 40 - 50 °С, перемешивают стеклянной палочкой до растворения навески и обесцвечивают, прибавляя по каплям раствор сернистокислого натрия. Обесцвеченный раствор кипятят до исчезновения запаха сернистого газа и растворяют в нем 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и дистиллированной водой доводят объем до метки.

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

#### 1.3.6. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 1.3.5, и раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> доводят объемы до меток.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 1.3.5, см <sup>3</sup>	0	1	2	4	6	8	10	12
Концентрация марганца: в растворе сравнения, мг/дм <sup>3</sup>	0	4,4	8,8	17,6	26,4	35,2	44,0	52,8
в пересчете на массовую долю в почве, млн <sup>-1</sup>	0	11	22	44	66	88	110	132

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа. Окрашивание растворов сравнения проводят аналогично окрашиванию анализируемых вытяжек и одновременно с ними.

### 1.4. Проведение анализа

#### 1.4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

#### 1.4.2. Определение марганца

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 5 см<sup>3</sup> фильтратов вытяжек и растворов сравнения. К пробам прибавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора формальдоксима, по 20 см<sup>3</sup>

Документ скачан с портала нормативных документов [www.OpenGost.ru](http://www.OpenGost.ru)



водного аммиака, разбавленного дистиллированной водой 1 : 40, и перемешивают. Через 2 - 5 мин прибавляют по 5 см<sup>3</sup> маскирующего раствора и перемешивают. Окрашенные растворы не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 30 мин после прибавления маскирующего раствора фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 490 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания в области 450 - 500 нм.

Допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и растворов реагентов 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 марганца в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве (млн<sup>-1</sup>), а по оси ординат - соответствующие им показания фотоэлектроколориметра. Массовую долю обменного марганца в анализируемой почве определяют 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 марганца.

Результат анализа выражают в миллионных долях (млн<sup>-1</sup>) с округлением до целых.

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 % при массовой доле марганца в почве до 7 млн<sup>-1</sup>, 15 % - св. 7 млн<sup>-1</sup>.

## 2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБМЕННОГО МАРГАНЦА

Сущность метода заключается в извлечении обменного марганца из почвы раствором хлористого калия и последующем измерении поглощения света свободными атомами марганца, образующимися в пламени при введении в него анализируемого раствора. При использовании газовой смеси состава пропан-бутан-воздух для устранения влияния сопутствующих элементов, образующих с марганцем труднодиссоциируемые соединения, в атомизируемые растворы вводят избыток стронция.

### 2.1. Метод отбора проб

2.1.1. Отбор проб - по ГОСТ 26483-85.

### 2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с лампой с полым катодом для определения марганца (допустимо 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 цилиндры 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

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

калий марганцовокислый, стандарт-титр  $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.);

Документ скачан с портала нормативных документов [www.OpenGost.ru](http://www.OpenGost.ru)



кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х.ч. или ч.д.а.;  
стронций 6-водный хлористый по ГОСТ 4140-74, ч.д.а.;  
воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

### 2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление запасного раствора стронция массовой концентрации  $20 \text{ мг/см}^3$

60,8 г 6-водного хлористого стронция, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в  $600 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, приливают  $164 \text{ см}^3$  концентрированной соляной кислоты, дистиллированной водой доводят объем раствора до  $1000 \text{ см}^3$  и тщательно перемешивают.

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

### 2.3.2. Приготовление рабочего раствора стронция

1 объем раствора, приготовленного по п. 2.3.1, смешивают с 8 объемами дистиллированной воды.

Раствор готовят в день проведения анализа.

### 2.3.3. Приготовление растворов сравнения

Растворы сравнения готовят по пп. 1.3.5 - 1.3.6.

Растворы сравнения используют для градуировки атомно-абсорбционного спектрофотометра в день проведения анализа.

## 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 марганца с использованием газовой смеси состава пропан-бутан - воздух

В технологические емкости или конические колбы отбирают по  $5 \text{ см}^3$  фильтратов и растворов сравнения. К пробам приливают по  $25 \text{ см}^3$  рабочего раствора хлористого стронция, приготовленного по п. 2.3.2. Разбавленные растворы вводят в пламя и измеряют поглощение света при длине волны  $279,5 \text{ нм}$ .

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

2.4.3. Определение марганца с использованием газовой смеси состава ацетилен-воздух

В технологические емкости или конические колбы отбирают по  $1 \text{ см}^3$  фильтратов и растворов сравнения. К пробам приливают по  $25 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Разбавленные растворы фотометрируют при длине волны  $279,5 \text{ нм}$ .

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

## 2.5. Обработка результатов

2.5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации марганца в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве ( $\text{млн}^{-1}$ ), а по оси ординат - соответствующие им показания атомно-абсорбционного спектрофотометра. Массовую долю обменного марганца в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из нее результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации  $1 \text{ моль/дм}^3$ . Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения марганца.

Результат анализа выражают в миллионных долях ( $\text{млн}^{-1}$ ) с округлением до целых.



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

2.5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности  $P = 0,95$  составляют 25 % при массовой доле марганца в почве до  $7 \text{ млн}^{-1}$ , 15 % - св.  $7 \text{ млн}^{-1}$ .

### **СОДЕРЖАНИЕ**

1. Фотометрическое определение обменного марганца
2. Атомно-абсорбционное определение обменного марганца. 3