



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

## **ПОЧВЫ**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОДВИЖНЫХ СОЕДИНЕНИЙ  
ДВУХ- И ТРЕХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА ПО  
ВЕРИГИНОЙ-АРИНУШКИНОЙ**

**ГОСТ 27395—87**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**ПОЧВЫ**

Метод определения подвижных соединений  
двух- и трехвалентного железа по  
Веригиной-Аринушкиной

Soils. Method for determination of mobile two-trivalent  
iron compounds after Verigina-Arinushkina

**ГОСТ**  
**27395—87**

0017

Срок действия с 01.07.88  
до 01.07.93

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения подвижных соединений двух- и трехвалентного железа в почвах при выполнении почвенных, мелиоративных, агрохимических и других обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на почвы, содержащие карбонаты.

Сущность метода заключается в извлечении подвижных соединений двух- и трехвалентного железа из почвы раствором серной кислоты с  $(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> при соотношении почва : раствор 1 : 10 для минеральных почв и 1 : 50 для торфяных почв, времени взбалтывания 5 мин с последующим определением в вытяжках двухвалентного железа фотометрически с  $\alpha, \alpha$ -дипиридиллом или о-фенантролином и суммы двух- и трехвалентного железа фотометрическим или атомно-абсорбционным методом.

Суммарная погрешность метода, выражаемая коэффициентом вариации, составляет при массовой доле железа в почве до 2‰ — 15%, свыше 2‰ — 10%.

**1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ**

Условия отбора проб и доставки их в лабораторию должны исключать возможность окисления двухвалентного железа в период от отбора проб до начала анализа. Пробы почв поступают в лабораторию в герметически закрытых емкостях, например, в ме-



таллических стаканах с крышками, залитыми парафином или замазкой. Анализы проводят не позднее одних суток после отбора проб. Хранят пробы в прохладном помещении, при этом должно быть исключено попадание на них прямых солнечных лучей.

Точечные пробы на анализ отбирают не менее чем из пяти мест каждого стакана. Масса объединенной пробы — 5 г.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80;

весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—80;

ротатор с оборотом на  $360^\circ$  и частотой вращения 30—40 мин<sup>-1</sup> или взбалтыватель с возвратно-поступательным движением и частотой циклов 75 мин<sup>-1</sup> для перемешивания почвы с экстрагирующим раствором;

фотоэлектроколориметр или другой аналогичный прибор по ГОСТ 12083—78, позволяющий работать при длине волны 512—522 нм;

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,05 единиц pH;

атомно-абсорбционный спектрофотометр С-112, С-115 или другой аналогичный прибор;

лампа с полым катодом для определения железа;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457—75 или пропан-бутан бытовой в баллоне;

колбы наливные мерные 2-го класса точности с шлифованными пробками вместимостью 50, 100, 250, 500 см<sup>3</sup> и 1 дм<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

колбы конические вместимостью 100, 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 23932—79 и ГОСТ 25336—82;

пипетки вместимостью 1, 5, 10, 20 см<sup>3</sup> исполнения 4, 6, 7 1-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

бюретки вместимостью 5, 10, 50 см<sup>3</sup> исполнения 4 1-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

воронки стеклянные исполнение 2 диаметром 110 мм по ГОСТ 25336—82;

цилиндры мерные вместимостью 50—250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

фильтры обеззоленные, белая лента, диаметром 15 см или бумагу фильтровальную лабораторную марок ФОС или ФОМ по ГОСТ 12026—76;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

*d,d* — дипиридил, ч. д. а.;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, ч. д. а.;

гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;



индикатор тимолблау (тимоловый синий), ч. д. а.;  
натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, ч. д. а.;  
натрий уксуснокислый трехводный по ГОСТ 199—78, ч. д. а.;  
борная кислота по ГОСТ 9656—75, ч. д. а.;  
серная кислота по ГОСТ 4204—77, ч. д. а.;  
соляная кислота по ГОСТ 3118—77, ч. д. а.;  
уксусная ледяная кислота по ГОСТ 19814—74, ч. д. а.;  
о-фенантролин, ч. д. а.;  
соль Мора по ГОСТ 4208—72, х. ч.;  
фенолфталеин, индикатор по ГОСТ 5850—72, раствор в этило-  
вом спирте с массовой долей 2%;  
стандарт-титр гидроокиси натрия 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;  
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ  
18300—87.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>

2,8 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, наполовину заполненную дистиллированной водой, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. Концентрацию кислоты проверяют титрованием по ГОСТ 25794.1—83. Допускается использование раствора серной кислоты с молярной концентрацией от 0,09 до 0,11 моль/дм<sup>3</sup>.

3.2. Приготовление ацетатного буферного раствора с рН 5,5—5,6

(300,0 ± 0,1) г уксуснокислого трехводного натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают (25,0 ± 0,1) см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

3.3. Приготовление раствора *d,d*-дипиридила с массовой долей 0,5%

(0,50 ± 0,01) г *d,d*-дипиридила растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 3—4 см<sup>3</sup> соляной кислоты  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, доводят объем дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают раствор.

3.4. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> наливают около 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 8,2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

3.5. Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 10%



В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> наливают около 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют по стенке колбы 60,6 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

3.6. Приготовление раствора индикатора тимолового синего с массовой долей 0,04%

(0,040±0,001) г индикатора тимолового синего растворяют в этиловом спирте, доводят объем раствора этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке темного стекла.

3.7. Приготовление раствора фтористого натрия с массовой долей 1%

(10±0,1) г фтористого натрия растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> до метки и тщательно перемешивают.

3.8. Приготовление раствора борной кислоты с массовой долей 1%

(10,0±0,1) г борной кислоты растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> до метки и тщательно перемешивают.

3.9. Приготовление раствора гидроксиламина солянокислого с массовой долей 5%

(5,0±0,1) г гидроксиламина солянокислого растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> до метки и тщательно перемешивают.

3.10. Приготовление раствора о-фенантролина с массовой долей 0,5%

(0,50±0,01) г о-фенантролина растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> при слабом нагревании, охлаждают до комнатной температуры и тщательно перемешивают.

3.11. Приготовление раствора уксуснокислого натрия с массовой долей 10%

(16,6±0,1) г уксуснокислого натрия трехводного растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

3.12. Приготовление раствора двухвалентного железа с массовой концентрацией 0,1 мг/см<sup>3</sup>

(0,702±0,001) г соли Мора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в растворе серной кислоты, приготовленном по п. 3.1, доводя объем раствора до метки, и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день проведения анализа.



3.13. Приготовление раствора двухвалентного железа с массовой концентрацией  $0,01 \text{ мг/см}^3$

$(10,0 \pm 0,1) \text{ см}^3$  исходного раствора соли Мора, приготовленного по п. 3.12, разбавляют в растворе серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ , приготовленном по п. 3.1, доводя объем раствора в мерной колбе вместимостью  $100 \text{ см}^3$  до метки, и тщательно перемешивают.

3.14. Приготовление растворов с заданными концентрациями железа

В мерные колбы вместимостью  $50 \text{ см}^3$  в соответствии с таблицей приливают бюреткой объемы раствора двухвалентного железа, приготовленного по п. 3.13.

Допускается приготовление серии растворов в мерных колбах  $100 \text{ см}^3$ . При этом следует приливать бюреткой объемы раствора, вдвое больше приведенных в таблице.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Пробы почвы массой  $(5,0 \pm 0,1) \text{ г}$  помещают в колбы вместимостью  $100\text{—}250 \text{ см}^3$ . Одновременно берут навеску для определения влажности почвы. Влажность почвы определяют по ГОСТ 5180—84.

Приливают в колбы с навесками почвы по  $50 \text{ см}^3$  серной кислоты молярной концентрации  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ . Содержимое колб взбалтывают в течение 5 мин и фильтруют через сухой фильтр в сухие колбы. При анализе торфа объем серной кислоты увеличивают до  $250 \text{ см}^3$ .

Из каждой колбы берут по две порции фильтрата: в одной определяют содержание двухвалентного железа фотометрически с *d,d*-дипиридиллом или *o*-фенантролином, в другой — суммарное содержание двух- и трехвалентного железа фотометрическим или атомно-абсорбционным методом.

Одновременно проводят контрольный опыт, включающий все стадии анализа, кроме взятия пробы почвы. Для каждой партии анализов контрольный опыт проводят в трехкратной повторности.

4.2. Для фотометрического определения содержания двухвалентного железа с *d,d*-дипиридиллом в мерные колбы вместимостью  $50$  или  $100 \text{ см}^3$  помещают от  $5$  до  $20 \text{ см}^3$  фильтрата в зависимости от предполагаемого содержания двухвалентного железа.

В колбы с вытяжками и растворами сравнения (таблица) добавляют  $1 \text{ см}^3$  раствора фтористого натрия с массовой долей  $1\%$ , содержимое перемешивают, добавляют  $1 \text{ см}^3$  раствора борной кислоты с массовой долей  $1\%$  и перемешивают. Затем в колбы добавляют две капли раствора тимолового синего с массовой долей  $0,04\%$ , перемешивают и приливают ацетатный буферный раствор до перехода фиолетовой окраски в желтую.



**Концентрации растворов для определения двухвалентного и суммарного содержания двух- и трехвалентного железа**

Показатель	Номер раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора с массовой концентрацией железа 0,01 мг/см <sup>3</sup> (п. 3.13) для мерных колб вместимостью 50 см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	0,0	0,5	1,5	2,5	3,5	4,5	5,0	15,0
Массовая концентрация железа в растворах, мг/см <sup>3</sup>	0,0000	0,0001	0,0003	0,0005	0,0007	0,0009	0,0010	0,0030

Далее прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> раствора *d,d*-дипиридила с массовой долей 0,5%, приготовленного по п. 3.3, доводят раствор до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и через 30—40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или другом аналогичном приборе при длине волны 522 нм относительно контрольного опыта с добавлением всех реактивов.

4.3. Для определения содержания двухвалентного железа с *o*-фенантролином в мерные колбы вместимостью 50—100 см<sup>3</sup> помещают 5—20 см<sup>3</sup> фильтрата в зависимости от предполагаемого содержания двухвалентного железа.

В колбы с вытяжками и растворами сравнения (см. таблицу) добавляют 1 см<sup>3</sup> фтористого натрия с массовой долей 1%, приготовленного по п. 3.7, содержимое перемешивают, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты с массовой долей 1%, приготовленного по п. 3.8 и перемешивают, затем в колбы добавляют одну-две капли раствора тимолового синего с массовой долей 0,04%, приготовленного по п. 3.6, и приливают раствор уксуснокислого натрия с массовой долей 10%, приготовленного по п. 3.11, до желтой окраски.

Далее прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> раствора *o*-фенантролина с массовой долей 0,5%, приготовленного по п. 3.10, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, снова перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или другом аналогичном приборе при длине волны 512 нм относительно контрольного опыта с добавлением всех реактивов.

4.4 Для определения суммарного содержания двух- и трехвалентного железа фотометрическим методом с *d,d*-дипиридилем или *o*-фенантролином в мерные колбы вместимостью 50 или 100 см<sup>3</sup>

помещают от 5 до 20 см<sup>3</sup> фильтрата в зависимости от предполагаемого содержания железа. Для перевода окисного железа в закисное в колбы с вытяжками и растворами сравнения прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina солянокислого с массовой долей 5%, приготовленного по п. 3.9 и перемешивают.

В колбы прибавляют одну-две капли раствора тимолового синего с массовой долей 0,04% и далее проводят анализ в соответствии с п. 4.2 или п. 4.3.

4.5. Определение суммарного содержания двух- и трехвалентного железа атомно-абсорбционным методом в пламени ацетилен — воздух или пропан-бутан — воздух по аналитической линии 248,3 нм. Пламя должно быть прозрачным, голубым. Ширину щели монохроматора, расход газов, ток, питающую лампу с полым катодом устанавливают в соответствии с инструкциями завода-изготовителя. После стабилизации режима работы прибора в пламя вводят первый раствор сравнения, не содержащий железо, и устанавливают начало отсчета. Затем вводят в пламя остальные растворы сравнения в порядке возрастания концентрации железа, после этого — вытяжки из почв.

После каждых десяти вытяжек в пламя вводят первый и пятый растворы сравнения для проверки градуировочной характеристики прибора. Если при проверке получаются показания, отличающиеся от полученных ранее для данных растворов более чем на 3% (относительных), корректируют настройку прибора и анализируют вытяжки снова.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При определении двухвалентного и суммы двух- и трехвалентного железа с *d,d*-дипиридиллом и *o*-фенантролином фотометрически по оптической плотности растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации железа (мг/см<sup>3</sup>), а по оси ординат — соответствующие им оптические плотности (показания прибора).

По результатам измерения оптической плотности растворов, полученных при анализе вытяжек из почв с *d,d*-дипиридиллом и *o*-фенантролином, с помощью градуировочных графиков находят массовую концентрацию двухвалентного железа ( $c_1$ ) и массовую долю подвижных соединений двухвалентного железа ( $X_1$ ) в почве, а также массовую концентрацию ( $c_2$ ) и массовую долю ( $X_2$ ) суммы двух- и трехвалентного железа в почве.

Массовую долю подвижных соединений двухвалентного железа в почвах ( $X_1$ ) %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot K}{V_1 \cdot m} \quad (1)$$



Массовую долю суммы подвижных соединений двух- и трехвалентного железа в почвах ( $X_2$ ) ‰ вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c_2 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot K}{V_1 \cdot m} \quad (2)$$

Массовую долю подвижных соединений трехвалентного железа в почвах ( $X_3$ ) ‰, вычисляют по формуле

$$X_3 = X_2 - X_1, \quad (3)$$

где  $c_1$  — массовая концентрация железа в фотометрируемом растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$c_2$  — массовая концентрация двух- и трехвалентного железа в фотометрируемом растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем фильтрата, взятый из  $V_3$  для определения железа, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем фотометрируемого раствора (емкость мерной колбы), см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора серной кислоты  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный для извлечения железа, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$K$  — коэффициент для пересчета на абсолютно сухую почву.

5.2. При определении суммы двух- и трехвалентного железа атомно-абсорбционным методом строят градуировочный график, откладывая по оси ординат значения оптической плотности растворов сравнения, а по оси абсцисс — массовую концентрацию железа в растворе сравнения в пересчете на массовую долю железа в почве в промиле.

Массовую долю железа в почве ( $X$ ) ‰, вычисляют по формуле

$$X = (c - c_k) \cdot a \cdot K, \quad (4)$$

где  $c$  — массовая концентрация железа в вытяжке из почвы в пересчете на массовую долю железа в почве, найденная по градуировочному графику, ‰;

$c_k$  — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта в пересчете на массовую долю железа в почве, найденная по градуировочному графику, ‰;

$a$  — коэффициент, учитывающий разбавление вытяжки в анализе;

$K$  — коэффициент для пересчета на абсолютно сухую почву.

Значение результата контрольного опыта не должно превышать 1/3 от минимальной концентрации в серии растворов сравнения.



За результат анализа принимается результат единичного определения.

5.3. Допускаемые отклонения результатов от среднего арифметического при повторных анализах не должны превышать при доверительной вероятности  $P=0,95$  следующих значений:

при массовой доле железа в почве до 2‰ — 20% (относительных), при массовой доле железа в почве свыше 2‰ — 15%.



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР**

### ИСПОЛНИТЕЛИ

**З. П. Антонова** (руководитель темы), канд. с.-х. наук; **Ю. В. Федорин**, канд. с.-х. наук; **С. И. Носов**, канд. экон. наук; **В. Д. Скалабан**, канд. биол. наук; **Г. В. Добровольский**, чл.-корр. АН СССР; **Д. С. Орлов**, д-р биол. наук, проф.; **Л. А. Воробьева**, д-р биол. наук; **Г. В. Мотузова**, канд. биол. наук; **Л. Л. Шишов**, чл.-корр. ВАСХНИЛ, проф.; **В. А. Большаков**, д-р биол. наук; **Т. Г. Дементьева**, канд. биол. наук; **Ю. И. Водяницкий**, канд. техн. наук; **С. Г. Самохвалов**, канд. с.-х. наук

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.09.87 № 3524

**3. Срок первой проверки — 1993 г.**

**4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 199—78	Разд. 2
ГОСТ 1770—74	»
ГОСТ 3118—77	»
ГОСТ 4204—77	»
ГОСТ 4208—72	»
ГОСТ 4328—77	»
ГОСТ 4463—76	»
ГОСТ 5180—84	4
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	»
ГОСТ 5850—72	»
ГОСТ 6709—72	»
ГОСТ 9656—75	»
ГОСТ 12026—76	»
ГОСТ 12083—78	»
ГОСТ 18300—87	»
ГОСТ 19814—74	»
ГОСТ 20292—74	»



С. 11 ГОСТ 27395—87

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 23932—79	»
ГОСТ 24104—80	»
ГОСТ 25336—82	»
ГОСТ 25794.1—83	3

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *М. И. Максимова*  
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 08.10.87 Подл. в печ. 13.11.87 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,64 уч.-изд. л.  
Тир. 7000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1270