Тема 3.2. Весовое определение иона сульфата в водной вытяжке почвы – 8 ч.

Изучите ГОСТ 26426-85. Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке. Пункт 1. Весовое определение иона сульфата

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность приготовления вытяжки из почвы
4. Последовательность определения сульфат - иона
5. Обработка результатов
6. Провести анализ в соответствии с выстроенной последовательностью.

Источники:

1. ГОСТ 26426-85. Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке.
2. Методика в соответствии с ГОСТ 26426-85. Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке

Весовое определение иона сульфата в водной вытяжке почвы (методика в соответствии с ГОСТ 26426-85. Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке)

1. Сущность метода

Сущность метода заключается в осаждении иона сульфата раствором хлористого бария и взвешивании прокаленного остатка. Для предотвращения осаждения карбоната, фосфата бария и других соединений анализируемую пробу подкисляют соляной кислотой.

2. Аппаратура, материалы и реактивы

- весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-80;
- пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 20292-74;
- печь муфельная, температура нагрева 700-750 °С;
- баня водяная;
- электроплитка;
- воронки стеклянные по ГОСТ 25336-82;
- эксикатор с прокаленным хлористым кальцием;
- стаканы химические вместимостью 100 см по ГОСТ 25336-82;
- чашки фарфоровые;
- тигли фарфоровые;
- стекла часовые;
- палочки стеклянные;

- посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;
- барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108-72, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 10%;
- кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч. или ч.д.а., разбавленная дистиллированной водой в отношении 1:3 и 1:100;
- кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 10%;
- метиловый красный, индикатор, ч.д.а., раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77;
- фильтры обеззоленные "синяя лента" диаметром 7 см;
- вода, дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3. Проведение анализа

3.1. Приготовление вытяжки из почвы

Пробы почвы массой 30 г, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, помещают в конические колбы. К пробам приливают цилиндром по 150 см³ дистиллированной воды. Почву с водой перемешивают в течение 3 мин на ротаторе или с помощью пропеллерной мешалки и оставляют на 5 мин для отстаивания.

3.2. Определение иона сульфата

Отбирают пипеткой 20 см³ анализируемой вытяжки в химический стакан. К пробе прибавляют дистиллированную воду до общего объема раствора 40-50 см³, 3 капли раствора метилового красного и подкисляют соляной кислотой, разбавленной 1:3 до кислой реакции, добавив избыток кислоты в 3-4 капли.

Если при этом раствор мутнеет, его фильтруют через обеззоленный фильтр в чистый химический стакан. Фильтр промывают соляной кислотой, разбавленной 1:100, тремя порциями по 3-5 см³.

При анализе темноокрашенных вытяжек пробу помещают в фарфоровую чашку, выпаривают на водяной бане досуха и прокалывают в муфельной печи в течение 2 ч при температуре 700 °С. После охлаждения смачивают прокаленный остаток 1 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты и выпаривают кислоту досуха на водяной бане. Остаток растворяют при нагревании в разбавленной 1:100 соляной кислоте и фильтруют раствор в чистый химический стакан через обеззоленный фильтр. Чашку и фильтр промывают разбавленной 1:100 соляной кислотой, доводя объем фильтрата до 40-50 см³.

Стакан с разбавленной и подкисленной пробой вытяжки нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют по каплям 5 см³ раствора хлористого бария с массовой долей 10%, тщательно перемешивая раствор палочкой после прибавления каждой капли. Стакан накрывают часовым стеклом и помещают на кипящую водяную баню на 2-3 ч для отстаивания осадка.

Затем делают пробу на полноту осаждения сульфата бария. Для этого в прозрачный отстоявшийся раствор по стенке стакана приливают несколько капель раствора хлористого бария с массовой долей 10%. Если около стенки образуется муть, в раствор добавляют еще 3 см³ раствора хлористого бария, нагревают до кипения и дают осадку отстояться. Затем приступают к фильтрованию. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, до прекращения реакции на барий (раствор серной кислоты с массовой долей 10%).

Фильтр с осадком подсушивают на воронке, помещают во взвешенный с погрешностью не более 0,001 г фарфоровый тигель и ставят в холодную муфельную печь. Осадок прокаливают в течение 30 мин при температуре 700 – 750 °С (при температуре выше 800 °С осадок разлагается). Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г. Для достижения постоянной массы осадок прокаливают повторно в течение 20 мин при той же температуре.

Таким же образом проводят холостой опыт, взяв вместо пробы вытяжки 20 см³ дистиллированной воды.

4. Обработка результатов

Количество эквивалентов иона сульфата X , ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 500}{116,7 \cdot V}$$

Где

m – масса осадка сульфата бария, мг;

m_1 – результат холостого определения, мг;

500 - коэффициент пересчета на 100 г почвы;

116,7 - молярная масса эквивалента сульфата бария, мг/ммоль;

V - объем пробы вытяжки, см³.

Массовую долю иона сульфата в анализируемой почве (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot 0,048,$$

Где X - количество эквивалента иона сульфата в почве, ммоль в 100 г;

0,048 - коэффициент пересчета в проценты.

За результат анализа принимают значение единичного определения иона сульфата.

Результат анализа выражают в миллимолях в 100 г почвы и в процентах с округлением до трех значащих цифр.