

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБМЕННОГО НАТРИЯ

ГОСТ 26950—86

Издание официальное

Цена 3 коп

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Государственным агропромышленным комитетом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Державин, С. Г. Самохвалов, Н. В. Соколова, В. Г. Прижукова, А. А. Шаймухаметова, Т. В. Чуйкова, Э. В. Казанцева, Л. В. Данилова

ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением по агрохимическому обслуживанию сельского хозяйства Госагропрома СССР

Зам. Председателя **А. М. Артюшин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1986 г. № 1950

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *В. В. Лобачева*

Сдано в наб. 17.07.86 Подп. в печ. 29.08 86 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,44 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1708

УДК 631.4:546.33.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ
Метод определения обменного натрия

Soils. Method for determination of exchangeable sodium

ГОСТ 26950—86

ОКСТУ 0017

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1986 г. № 1950 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на почвы, вскрышные и вмещающие породы и устанавливает метод определения содержания обменного натрия при почвенном, агрохимическом, мелиоративном обследовании угодий, контроле за состоянием почв, а также при проведении других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на анализ проб органических горизонтов.

Сущность метода заключается в извлечении обменного и растворимого натрия раствором уксуснокислого аммония концентрации 1 моль/дм^3 при соотношении массы пробы почвы и объема раствора 1:20 и последующем определении натрия в вытяжке на пламенном фотометре. Одновременно определяют растворимый натрий в водной вытяжке и вычисляют обменный по разности.

При анализе проб гипсосодержащих почв растворимый натрий определяют в водно-спиртовой вытяжке.

Предельные значения суммарной погрешности метода при двусторонней доверительной вероятности $P=0{,}95$ составляют, ммоль в 100 г почвы:

0,1 — при содержании обменного натрия до 1 ммоль в 100 г почвы;

0,5 — св. 1 до 3 ммоль в 100 г почвы,

0,8 — св. 3 ммоль в 100 г почвы.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1986

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы почв и пород доводят до воздушно-сухого состояния, измельчают, пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1—2 мм и хранят в коробках или пакетах.

Пробу на анализ из коробки отбирают шпателем или ложкой, предварительно перемешав почву на всю глубину коробки. Из пакетов почву высыпают на ровную поверхность, тщательно перемешивают и распределяют слоем не более 1 см. Пробу на анализ отбирают не менее чем из пяти точек, массой 5,0 г.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Фотометр пламенный с монохроматором или интерференционными светофильтрами с максимумом пропускания в области 588—590 нм (допускается использование газовых смесей состава пропан-бутан-воздух и сетевой газ-воздух).

pH-метр милливольтметр или иономер с погрешностью измерения не более 0,05 pH.

Электрод стеклянный для измерения активности ионов водорода типа ЭСЛ-43—07 или электрод, имеющий такие же технические и метрологические характеристики.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792—72 или электрод, имеющий такие же технические и метрологические характеристики.

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.

Весы квадрантные с устройством пропорционального дозирования ВКПД-40 г с погрешностью не более 2 %.

Ротатор с оборотом на 360° или встряхиватель с возвратно-поступательным движением с частотой колебаний не менее 75 $мин^{-1}$.

Дозаторы с погрешностью дозирования не более 1 % или цилиндры исполнения 1 или 2 вместимостью 25 и 100 $см^3$, по ГОСТ 1770—74.

Колбы мерные исполнения 1 или 2, вместимостью 250 и 1000 $см^3$ 2-го класса точности, по ГОСТ 1770—74.

Кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями или колбы конические исполнения 1 или 2 вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82.

Установки фильтровальные десятипозиционные или воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Аммоний уксуснокислый, х. ч. или ч.д.а. по ГОСТ 3117—78.

Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233—77.

Аммиак водный, ч. д. а., раствор с массовой долей 10 % по ГОСТ 3760—79.

Кислота уксусная, х.ч. или ч.д.а., раствор с массовой долей 10 % по ГОСТ 61—75.

Спирт этиловый ректификованный, технический, разбавленный дистиллированной водой 1:1 по ГОСТ 18300—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора уксуснокислого аммония концентрации $c(NH_4CH_3COO)=1$ моль/дм³ с pH 6,7—7,0

Раствор готовят из расчета 77 г уксуснокислого аммония, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г на 1000 см³ раствора и измеряют pH. Если значение pH меньше или больше, требуемое значение pH получают прибавлением раствора аммиака или раствора уксусной кислоты с массовой долей 10 %.

3.2. Приготовление раствора хлористого натрия концентрации $c(NaCl)=0{,}05$ моль/дм³

2,922 г хлористого натрия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в растворе уксуснокислого аммония концентрации 1 моль/дм³, доводя объем до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 г. При появлении мути или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

3.3. Приготовление раствора хлористого натрия концентрации $c(NaCl)=0{,}1$ моль/дм³

5,844 г хлористого натрия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г и растворяют в этиловом спирте, разбавленном дистиллированной водой 1:1, доводя объем до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 г. При появлении мути или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

3.4. Приготовление растворов сравнения для определения натрия в ацетатно-аммонийной вытяжке

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в табл. 1 объемы раствора, приготовленного по п. 3.2 и доводят объемы до метки раствором уксуснокислого аммония концентрации 1 моль/дм³. Приготовленные растворы тщательно перемешивают.

Таблица 1

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения						
	1	2	3	4	5	6	7
Объем раствора, приготовленного по п. 3.2, см³	0	5,0	10	20	30	40	50
Концентрация натрия: в растворе сравнения, моль/м³	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	2,0	4,0	8,0	12	16	20

Растворы хранят в склянках с притертыми пробками не более 1 мес. При появлении мути или осадка растворы заменяют свежеприготовленными.

3.5. Приготовление растворов сравнения для определения натрия в водной вытяжке

Растворы готовят по ГОСТ 26427—85.

3.6. Приготовление растворов сравнения для определения натрия в водно-спиртовой вытяжке

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в табл. 2 объемы раствора, приготовленного по п. 3.3, и доводят объемы до метки этиловым спиртом, разбавленным дистиллированной водой 1:1. Приготовленные растворы тщательно перемешивают.

Таблица 2

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 3.3, см³	0	2,5	5,0	7,5	10	15	20	25
Концентрация натрия: в растворе сравнения, моль/м³	0	1,0	2,0	3,0	4,0	6,0	8,0	10,0
в пересчете на 100 г почвы, ммоль	0	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0

Растворы хранят в склянках с притертыми пробками не более 1 мес.

Растворы сравнения используют для градуировки пламенного фотометра в день проведения анализа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление ацетатно-аммонийной вытяжки

Пробы почвы массой 5,0 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и помещают в технологические емкости или конические колбы. К пробам приливают по 100 $см^3$ раствора уксуснокислого аммония концентрации 1 моль/$дм^3$. Одновременно проводят холостой опыт. Пробу с раствором перемешивают в течение 1 ч на ротаторе или встряхивателе и фильтруют полученные суспензии через бумажные фильтры. Фильтрат используют для определения натрия.

При использовании весов с устройством пропорционального дозирования экстрагента допускается отбор пробы массой 4,0—6,0 г.

Допускается перемешивание пробы с раствором в течение 3-х мин вместо 1 ч, с последующим настаиванием суспензий в течение 18—24 ч. После настаивания суспензии перемешивают и фильтруют. Фильтраты используют для определения натрия.

4.2. Приготовление водной вытяжки

Водную вытяжку из почвы готовят по ГОСТ 26423—85.

4.3. Приготовление водно-спиртовой вытяжки

Пробы почвы массой 5,0 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и помещают в технологические емкости или конические колбы. К пробам приливают по 25 $см^3$ этилового спирта, разбавленного дистиллированной водой 1:1. Одновременно проводят холостой опыт. Пробы с раствором перемешивают в течение 3 мин на встряхивателе или ротаторе. Полученные суспензии фильтруют через бумажные фильтры. Фильтраты используют для определения натрия.

4.4. Определение натрия

Пламенный фотометр настраивают в соответствии с инструкцией по его эксплуатации на измерение концентрации натрия. Для градуировки прибора используют растворы сравнения, приготовленные по п. 3.4 и по пп. 3.5 или 3.6. Натрий определяют по аналитическим линиям 589,0 или 589,9 нм. Растворы сравнения и анализируемые фильтраты вытяжек вводят в пламя и регистрируют показания прибора. Настройку прибора проверяют по первому и последнему раствору сравнения не реже, чем через 20 определений.

При использовании пламенных фотометров с индикаторными устройствами, которые можно настраивать в единицах концентрации, допускается градуировка прибора по растворам сравнения в измеряемых единицах в диапазоне концентраций, рекомендованном заводом-изготовителем. Для обеспечения нормальных

условий работы прибора допускается разбавление растворов сравнения и анализируемых вытяжек в одинаковое число раз, чтобы сохранить номинальные значения концентраций растворов сравнения и исключить необходимость пересчета результатов анализа.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график в линейном масштабе. Масштаб выбирают такой, чтобы длина оси абсцисс была равна 20 см, а оси ординат — 15—20 см. Градуировочный график строят по результатам единичных определений.

По оси абсцисс откладывают концентрации натрия в растворах сравнения в пересчете в миллимоли в 100 г почвы, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора.

Сумму обменного и растворимого натрия, а также содержание растворимого натрия в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив фильтрат экстрагирующим раствором. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

5.2. Содержание обменного натрия (X) в анализируемой почве, ммоль в 100 г почвы, вычисляют по формуле

$$X=X_1-X_2,$$

где X_1 — результат анализа ацетатно-аммонийной вытяжки, ммоль в 100 г почвы;

X_2 — результат анализа водной или водно-спиртовой вытяжки, ммоль в 100 г почвы.

За результат анализа принимают значение единичного определения натрия. Результат анализа выражают в миллимолях в 100 г почвы с округлением до первого десятичного знака.

5.3. Допускаемые отклонения при двусторонней доверительной вероятности $P=0,95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют, ммоль в 100 г почвы:

0,07 — при содержании обменного натрия до 1 ммоль в 100 г почвы;

0,3 — св. 1 до 3 ммоль в 100 г почвы;

0,5 — св. 3 ммоль в 100 г почвы.

gost.e-ecolog.ru