УДК 631.4:546.39.06:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение обменного аммония по методу ЦИНАО

Soils. Determination of exchangeable ammonium by CINAO method

ГОСТ 26489—85

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 821 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения обменного аммония 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 метода составляет 15% при массовой доле азота аммония в почве до 10 млн$^{-1}$, 10% — св. 10 до 30 млн$^{-1}$, 7,5% — св. 30 млн$^{-1}$.

Сущность метода заключается в извлечении обменного аммония из почвы раствором хлористого калия, получении окрашенного индофенольного соединения, образующегося при взаимодействии аммония с гипохлоритом и салицилатом натрия в щелочной среде и последующем фотометрировании окрашенного раствора.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

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;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипет-

gost.e-ecolog.ru

ки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

электроплитку;

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

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

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х.ч., раствор концентрации с (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.);

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

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, х.ч.;

известь хлорную;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч., раствор концентрации с (KCl) = 1 моль/дм³ (1 н.);

калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, ч.д.а.;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х.ч. или ч.д.а.;

натрий нитропруссидный, 2-водный, ч.д.а.;

натрий салициловокислый по ГОСТ 17628—72, ч.;

натрий серноватистокислый, 5-водный по СТ СЭВ 223—75, х. ч. или ч.д.а или стандарт-титр, с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);

натрий углекислый, безводный по ГОСТ 83—79, х.ч. или ч.д.а.;

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

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72, проверенную на отсутствие аммония;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление запасного окрашивающего раствора

56,7 г салициловокислого натрия, 16,7 г виннокислого калия-натрия и 26,7 г гидроокиси натрия, взвешенных с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³, растворяют в 700 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 20 мин для удаления аммиака. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 0,4 г нитропруссидного натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, и после полного растворения навески доводят дистиллированной водой объем раствора до метки.

Раствор хранят в холодильнике в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой не более 2 мес.

3.2. Приготовление рабочего окрашивающего раствора

Запасной окрашивающий раствор разбавляют дистиллированной водой в соотношении 1 : 9 и растворяют в нем трилон Б из расчета 2 г на 1000 см³ конечного раствора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. **Приготовление раствора серноватистокислого натрия концентрации** с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.)

Готовят по СТ СЭВ 3675—82 или из стандарт-титра.

3.4. **Приготовление запасного раствора гипохлорита натрия**

150 г хлорной извести взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в химический стакан вместимостью 1000 см³, прибавляют 250 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

150 г углекислого натрия взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в химический стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 250 см³ дистиллированной воды.

Раствор углекислого натрия вливают в раствор хлорной извести при непрерывном перемешивании. Полученную смесь оставляют на 1—2 сут для отстаивания, затем надосадочную жидкость сливают и фильтруют.

Концентрацию активного хлора в растворе гипохлорита натрия устанавливают титрованием. Для этого в коническую колбу вместимостью 100 см³ отбирают 1 см³ приготовленного раствора и разбавляют дистиллированной водой до объема 40—50 см³. Прибавляют 2 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, и 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³. Образовавшийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия до исчезновения вишневой окраски.

Массовую долю активного хлора (X) в процентах в запасном растворе гипохлорита натрия вычисляют по формуле

$$X = 0{,}00355 \cdot V \cdot 100,$$

где 0,00355 — количество хлора, соответствующее 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³, г;

V — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Концентрацию раствора проверяют по п. 3.4 не реже одного раза в 3 мес.

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

3.5. Приготовление раствора гипохлорита натрия с массовой долей 0,125%

Запасной раствор гипохлорита натрия, приготовленный по п. 3.4, разбавляют дистиллированной водой до заданной концентрации в день проведения анализа.

3.6. **Приготовление раствора азота аммония массовой концентрации 0,25 мг/см³**

0,955 г хлористого аммония, высушенного при температуре 100—105°С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в растворе хлористого калия концентрации 1 моль/дм³, доводя объем до метки.

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

3.7. Приготовление растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 3.6, и доводят объемы до меток раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 3.6, см³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация азота аммония: в растворе / сравнения, мг/дм³	0	2	4	8	12	16	20	24
в пересчете на массовую долю в почве, млн$^{-1}$	0	5	10	20	30	40	50	60

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Приготовление вытяжки из почвы

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

4.2. Определение аммония

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 2 см³ фильтратов и растворов сравнения. К пробам прибавляют по 40 см³ рабочего окрашивающего раствора, затем по 2 см³ раствора гипохлорита натрия с массовой долей 0,125%. Растворы перемешивают после каждого дозирования. Окрашенные растворы не ранее чем через 1 ч и не позже чем через 2,5 ч после прибавления раствора гипохлорита натрия фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 655 нм или используя красный светофильтр с максимумом пропускания в области 630—670 нм.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации азота аммония в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве (млн$^{-1}$), а по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра.

Массовую долю азота аммония 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 моль/дм^3. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

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

За результат анализа принимают значение единичного определения аммония.

Результат анализа выражают в миллионных долях (млн$^{-1}$) с округлением до первого десятичного знака.

Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0{,}95$ составляют 25% при массовой доле азота аммония в почве до 10 млн$^{-1}$, 15% — св. 10 до 30 млн$^{-1}$, 10% — св. 30 млн$^{-1}$.

gost.e-ecolog.ru