

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 01.07.86до 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-

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 гидроксид 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 серноватистоокислый, 5-водный по СТ СЭВ 223—75, х.ч. или ч.д.а. или стандарт-титр, с (Na₂S₂O₃·5H₂O) = 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 гидроскиси 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 $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ 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 вишневого 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°C 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, см ³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация азота аммония: в растворе /сравнения, мг/дм ³	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 концентрацию 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} .