

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні **кафедри хімії**
Протокол № 1 від 25.08 2020 р.

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Аналіз ґрунту і води”

Лабораторна робота №9

**ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АМОНІЙОНОГО НІТРОГЕНУ В
ГРУНТІ ФОТОКАЛОРИМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ З
РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА**

Підготувала

доц. Хацевич О.М.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота №9

Тема: Визначення вмісту амонійного Нітрогену в ґрунті фотоколориметричним методом з реактивом Несслера.

Мета: Практично освоїти методику аналізу зразків ґрунту на вміст амоній-іонів.

Обладнання та реактиви :

Фотоелектроколориметр КФК-3 або КФК-2, укомплектований кюветами з робочою довжиною 10 та 50 мм, колби мірні, піпетки Мора, реактив Несслера ($K_2HgI_4 + KOH$), натрій гідроксид ($NaOH$ 3 н), калій гідроксид (KOH), амоній хлорид NH_4Cl , 1 % розчин KCl , калій-натрієву сіль винної кислоти, толуолу (C_7H_8), кислота сульфатна (H_2SO_4), амоніак (NH_4OH).

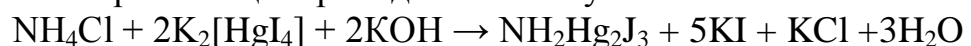
Основний розчин: 0,3820 г хімічно чистого NH_4Cl розчиняють у безаміачній воді в мірній колбі ємкістю 1 мд³. Об'єм розчину доводять безаміачною водою до мітки. У 1 мл отриманого розчину має міститися 0,1 мг амонійного нітрогену. Запасний розчин помішують у склянку з темного скла, додають три-п'ять крапель толуолу. Розчин може зберігатися протягом року.

Робочий розчин. 25 мл основного розчину поміщають у мірну колбу ємкістю 500 мл і об'єм розчину доводять водою до мітки. У 1 мл робочого розчину міститься 0,005 мг амонійного нітрогену.

1. Теоретична частина

Аналіз ґрунту на вміст амонійного Нітрогену визначає ступінь забезпеченості доступним для живлення рослин Нітрогеном. Однак вміст амонійного Нітрогену в ґрунті досить динамічний, тому результати аналізу показують ступінь забезпеченості ґрунту доступним амонійним Нітрогеном у конкретний період життя рослин. Паралельно з визначенням амонійного Нітрогену проводять аналіз ґрунту на вміст нітратного Нітрогену. На основі отриманих даних встановлюють вміст мінерального Нітрогену в ґрунті і необхідність внесення нітратних добрив.

1.1. Принцип методу. Метод ґрунтується на вилученні з ґрунту амонійного Нітрогену 1 % розчином KCl у співвідношенні ґрунт-розчин 1:10 при збовтуванні ґрунтової суспензії протягом однієї години. Фотоколориметричне визначення полягає у взаємодії йона амонію з реактивом Несслера. Реакція проходить за наступною схемою:



Дийододимеркурамоній йодид виділяється з розчину у вигляді червоно-бурого осаду. Гранична концентрація, що допускає визначення амонійного Нітрогену, не повинна перевищувати 0,15 мг у 100 мл. Для зазначеної концентрації забарвлення розчинів підпорядковується закону Бугера-Ламберта-Бера. Оскільки інтенсивність забарвлення залежить від величини частинок колоїдного розчину, необхідно дотримуватися визначеного порядку приливання реактивів, реакція дуже чутлива.

Визначенню амонію заважає присутність у ґрунтовій витяжці йонів Ca^{2+} і Mg^{2+} , особливо при великій їхній кількості. Вони осаджуються реактивом Несслера і викликають опалесценцію розчину. Для запобігання утворення осаду до приливання реактиву Несслера в розчин додають сегнетову сіль (калій-натрієву сіль винної кислоти), яка з йонами кальцію і магнію утворює розчинні комплексні сполуки.

2. Методика визначення

На техно-хімічних вагах зважують 10 г ґрунту з природною польовою вологістю. Одночасно відбирають наважку для визначення вологи. Можна відбирати для аналізу і повітряно-сухий ґрунт. Наважку переносять у конічну колбу ємністю 250 мл і доливають мірним циліндром 100 мл 1 % розчину KCl , до якого додають 0,5 мл толуолу (C_7H_8) для запобігання біологічним процесам, що впливають на результати аналізу. Вміст колби збовтують на ротаторі протягом однієї години, потім витяжку фільтрують у конічну колбу ємністю 200 мл через щільний складчастий фільтр.

2.1. Попереднє визначення об'єму ґрунтової витяжки для аналізу

Попередньо до визначення NH_4^+ встановлюють об'єм ґрунтової витяжки, який необхідно взяти для аналізу. Для цього в пробірку поміщають 5 мл фільтрату і додають дві краплі розчину сегнетової солі та дві краплі реактиву Несслера. З появою бурого осаду для аналізу беруть 10 мл фільтрату, якщо розчин набуває червонуватого кольору - 15-25 мл якщо жовтий — 30-40 мл.

Встановлений об'єм фільтрату відбирають піпеткою і поміщають у мірну колбу ємністю 50 мл. Випробований розчин у колбі доводять дистильованою водою до 40 мл, потім додають з бюретки 2 мл 50 %-го водного розчину сегнетової солі та добре збовтують.

До випробуваного розчину додають 2 мл реактиву Несслера. Об'єм доводять до мітки безаміачною водою, ретельно перемішують і через дві-три хвилини аналізують на фотоелектроколориметрі із синім світлофільтром або на спектрофотометрі при довжині хвилі 425 нм. Одночасно готують шкалу стандартних розчинів амонійного азоту.

2.2. Приготування шкали стандартних розчинів для визначення амонійного Нітрогену.

У мірні колби ємністю 50 мл поміщають робочі розчини згідно наведеної таблиці 1. Об'єм розчину в колбах доводять безаміачною дистильованою водою до 45 мл, додають 2 мл 50 %-го розчину сегнетової солі, 2 мл реактиву Несслера, дистильованою водою вміст колби доводять до мітки і аналізують на фотоелектроколориметрі, як і досліджувані розчини. Колір розчину повинен бути чисто жовтим, світлого відтінку. Забарвлення його зберігається не більш години, потім з'являється каламуть або опалесценція. Для випробуваних розчинів за контрольний приймають 1 % розчин KCl у тому ж об'ємі, що і для випробуваного розчину ґрунтової витяжки з додаванням 50 % сегнетової солі, реактиву Несслера, безаміачної дистильованої води в тій же кількості, що і для випробуваних розчинів. Для стандартних розчинів за контрольний приймається безаміачна дистильована

вода з додаванням усіх вищевказаних реактивів для визначення амонійного Нітрогену у тому ж об'ємі.

Побудова каліброваної кривої для визначення амонійного Нітрогену

За відомими концентраціями стандартних розчинів і отриманими на приладі показниками оптичної густини, (A (D)) будують калібрувальний графік. За калібрувальною кривою визначають вміст йону NH₄⁺ у 1 мл випробуваного розчину.

Вміст Нітрогену на 100 г досліджуваного ґрунту розраховують за формулою:

$$X = (a \cdot b \cdot c \cdot 100 \cdot K_r) / H \cdot d,$$

де X - кількість амонійного азоту в 100 г ґрунту, мг;

a - кількість азоту в 1 мл випробуваного розчину (за графіком), мг;

b - об'єм 1 %-го розчину KCl, взятий для одержання ґрунтової витяжки, мл;

c - об'єм фотоколориметрованого розчину, мл;

d - об'єм ґрунтової витяжки, взятий для аналізу, мл;

H - наважка ґрунту г;

100 - коефіцієнт перерахунку на 100 г ґрунту;

K_r - коефіцієнт гігроскопічності для перерахунку на сухий ґрунт.

Таблиця 1

Приготування серії стандартних розчинів

№ колби	1	2	3	4	5	6	7	8	9
V розчину	2	4	6	8	10	12	16	20	0
Вміст N в мг/мл	0,0002	0,0004	0,0006	0,0008	0,0010	0,0012	0,0016	0,0020	0
D(A)									

Питання для самоконтролю

1. Опишіть суть методики визначення амонійного нітрогену у ґрунтовій витяжці?
2. Приготування та зберігання реактиву Несслера.
3. Для чого вводять сегнетову сіль в аналізовану ґрунтову витяжку, при визначенні амонійного нітрогену?
4. Опишіть особливості отримання та умови зберігання реактиву Несслера.
5. Для чого визначають амонійний нітроген в ґрунті? Як його вміст зов'язаний з родючістю ґрунтів?