26107-84

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО АЗОТА

ГОСТ 26107—84

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством сельского хозяйства СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

С. И. Носов, канд. экон. наук; **В. А. Овчинников**, канд. техн. наук; **А. П. Клопотовский**, канд. с.-х. наук; **З. И. Кокурина**, канд. с.-х. наук; **О. А. Фриева**, канд. с.-х. наук; **Л. М. Степаненко**, канд. с.-х. наук; **Г. В. Добровольский** д-р биол. наук, проф; **Д. С. Орлов**, д-р биол. наук; **Л. А. Воробьева**, канд. биол. наук; **Н. М. Гриндель**, канд. биол. наук; **С. Г. Самохвалов**, канд. с.-х. наук; **В. Г. Прижукова**, канд. с.-х. наук; **А. В. Гличев**, д-р экон. наук проф.; **Н. И. Цибизов**, канд. техн. наук; **С. С. Ружицкая**, канд. с.-х. наук; **Т. М. Пивоварова**, канд. биол. наук; **Е. В. Мареева**; **О. Г. Мосолова**; **Л. Г. Лейбчик**

ВНЕСЕН Министерством сельского хозяйства СССР

Зам. министра **А. А. Гольцов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 2 марта 1984 г. № 661

УДК 631.4 : 546.17.06 : 006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Методы определения общего азота

ГОСТ 26107—84

Soils. Methods for determination of total nitrogen

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 2 марта 1984 г. № 661 срок введения установлен

с 01.01. 1985 г.

Настоящий стандарт устанавливает методы определения общего азота в почвах естественного и нарушенного сложения, во вскрышных и вмещающих породах.

Стандарт применяется при выполнении почвенных, агрохимических и мелиоративных обследований и при оценке пригодности нарушенного плодородного слоя почв для землевания.

Стандарт не распространяется на почвы с массовой долей органического вещества более 25%.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Пробы почвы должны храниться в помещении, свободном от паров аммиака. Поступающая на анализ почва должна быть предварительно доведена до воздушно-сухого состояния, измельчена, пропущена через сито с круглыми отверстиями диаметром 1—2 мм, хорошо перемешана и распределена по ровной поверхности слоем толщиной не более 1 см. Аналитическую пробу массой 15 г отбирают ложкой или шпателем не менее чем из пяти разных мест, равномерно расположенных по площади, на всю глубину слоя, выбирают из нее видимые глазом корни и полностью пропускают через плетеное проволочное сито с отверстиями ячеек 0,25 мм. Частицы, оставшиеся на сите, измельчают с помощью любых устройств и снова пропускают через сито.

Из аналитической пробы берут две навески почвы для определения гигроскопической влаги по ГОСТ 5180—75.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1984

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78 или другие аналогичные приборы позволяющие работать в интервале длин волн 630—655 нм.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76 или колбонагреватель.

Устройство для нагревания колб Кьельдаля.

Устройство для нагревания пробирок с температурой нагрева не менее 400°С и глубиной погружения не менее 5 см.

Сито с сеткой 025 по ГОСТ 3584—73.

Мерка, вмещающая 4,5 г сухой смеси катализаторов.

Весы лабораторные 2-го класса точности с предельной нагрузкой 200 г и весы лабораторные 4-го класса точности с предельной нагрузкой 1 кг по ГОСТ 24104—80.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, наливные.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, наливные.

Колбы плоскодонные, конические Кьельдаля по ГОСТ 25336—82.

Дистилляционное устройство каплеуловитель, холодильник шариковый, аллонж изогнутый, воронка капельная по ГОСТ 25336—82.

Дозаторы ШД-115 и ДАЖ-115 или бюретки и пипетки по ГОСТ 20292—74, 2-го класса.

Стаканы и пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Стаканы, чашки выпарительные, ступки и пестики фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, без следов аммиака.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Известь хлорная техническая.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, концентрированная, раствор $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}02$ моль/л.

Кислота борная по ГОСТ 9656—76, х. ч., раствор с массовой долей 2%.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей 2%.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51, спиртовой раствор с массовой долей 0,4%.

Метиленовый голубой, спиртовой раствор с массовой долей 0,2%.

Натрия тиосульфат по ГОСТ 244—76, раствор $c(\frac{1}{2}Na_2S_2O_3) = 0{,}1$ моль/л.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор $c(NaOH) = 2$ моль/л.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Натрий салициловокислый по ГОСТ 17628—72.

Натрий нитропруссидный.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30%.

Реактив Несслера по ГОСТ 4517—75.

Селен металлический по ГОСТ 5455—74, х. ч.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. *Приготовление смеси катализаторов*

Смешивают 150,0 г безводного сернокислого калия; 0,25 г металлического селена, 10,0 г сернокислой меди и тщательно растирают в фарфоровой ступке.

3.2. Приготовление серной кислоты, содержащей селен

Растертый металлический селен растворяют при нагревании в концентрированной серной кислоте из расчета 1 г селена на 200 мл кислоты.

3.3. Приготовление раствора с массовой долей гидроокиси натрия 40%, не содержащего аммиак

О содержании аммиака в растворе гидроокиси натрия свидетельствует желтое окрашивание при прибавлении реактива Несслера. Для удаления аммиака раствор кипятят, затем охлаждают и доводят до нужной концентрации.

3.4. Приготовление смешанного индикатора

Смешивают равные объемы спиртового раствора с массовой долей метилового красного 0,4% и спиртового раствора с массовой долей метиленового голубого 0,2% или готовят по ГОСТ 4919.1—77.

3.5. Приготовление раствора хлористого аммония с массовой концентрацией азота 0,1 мг/мл

0,382 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды без аммиака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доливают до метки водой, затем перемешивают.

3.6. Приготовление запасного окрашивающего раствора на присутствие аммиака

56,7 г салицилово-кислого натрия; 16,7 калия-натрия винно-кислого; 26,7 г гидроокиси натрия растворяют в 500—700 мл дистиллированной воды. Раствор кипятят 20 мин, чтобы удалить следы аммиака, охлаждают, вводят 0,4 г нитропруссидного натрия и разбавляют до 1 л дистиллированной водой. Хранят в закрытой склянке не более 2-х месяцев.

3.7. Приготовление рабочего окрашивающего раствора

Рабочий окрашивающий раствор готовят в день анализа. К 250 мл запасного раствора по п. 3.6 добавляют 1750 мл дистиллированной воды без аммиака, 250 мл раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией $c(NaOH)=2$ моль/л, 4,5 г трилона Б и хорошо перемешивают.

3.8. Приготовление запасного раствора гипохлорита натрия

В стакан вместимостью 500 мл наливают 255 мл дистиллированной воды без аммиака и при перемешивании добавляют 150,0 г хлорной извести. В другой стакан вместимостью 1000 мл наливают 255 мл дистиллированной воды и при перемешивании вводят 105,0 г углекислого натрия. Затем содержимое обоих стаканов смешивают. Масса сначала становится густой, а затем более жидкой. Суспензию оставляют на 1—2 сут, после чего осторожно сливают верхний прозрачный слой в склянку из темного стекла. Раствор можно хранить в холодильнике до 1 года. В приготовленном растворе необходимо определить концентрацию активного хлора. Для этого 1 мл запасного раствора разбавляют дистиллированной водой в конической колбе вместимостью 250 мл до 100 мл. К раствору добавляют 20 мл раствора с массовой долей йодистого калия 10%, 10 мл раствора с массовой долей серной кислоты 10% и оттитровывают выделившийся свободный йод раствором тиосульфата $c(Na_2S_2O_3)=0{,}1$ моль/л до исчезновения желтой окраски. 1 мл раствора тиосульфата $c(Na_2S_2O_3)=0{,}1$ моль/л соответствует 0,0035 г свободного хлора.

3.9. Приготовление рабочего раствора гипохлорита натрия

Рабочий раствор готовят в день анализа. Запасной раствор по п. 3.8 разбавляют дистиллированной водой без аммиака до массовой концентрации свободного хлора 0,12 г в 100 мл.

3.10. Приготовление серии растворов сравнения для фотометрического определения азота

В мерные колбы вместимостью 250 мл из бюретки наливают разные количества раствора хлористого аммония с массовой концентрацией азота 0,1 мг/мл: 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0; 30,0 мл. В каждую колбу до половины объема приливают дистиллирован-

ную воду без аммиака и по 7 мл концентрированной серной кислоты, содержащей селен. Растворы охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

3.11. Приготовление растворов шкалы сравнения

Шкалу сравнения готовят в день анализа. Из каждой колбы по п. 3.10 дозатором берут 1 мл раствора и переносят в сухую плоскодонную или коническую колбу вместимостью 100 мл. Далее проводят все операции, как с раствором после разложения почвы при фотометрическом методе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Титриметрический метод

4.1.1. *Разложение почвы*

Для почв с массовой долей гумуса более 2% берут навеску 2,000 г, для почв с массовой долей гумуса менее 2% — 4,0 г. Навеску берут на лабораторных весах и помещают в сухую колбу Кьельдаля вместимостью 100 мл. В колбу вносят меркой 4,5 г сухой смеси катализаторов, приливают дозатором 10 мл концентрированной серной кислоты и перемешивают круговыми движениями, пока вся почва не будет смочена кислотой. Колбу помещают в наклонном положении на электронагреватель в вытяжной шкаф и постепенно доводят содержимое колбы до кипения. Нагрев регулируют так, чтобы пары серной кислоты конденсировались в нижней трети горла колбы. Озоление органического вещества считают полным, когда произошло полное обесцвечивание надосадочной жидкости. После этого кипячение продолжают еще 15—20 мин, затем оставляют для охлаждения при комнатной температуре. Одновременно проводят контрольный анализ без почвы.

4.1.2. *Определение азота*

После разложения почвы по п. 4.1.1 колбу Кьельдаля слегка наклоняют и приливают в нее небольшими порциями при перемешивании круговыми движениями 30—40 мл дистиллированной воды. Суспензии дают отстояться 1 мин и затем переливают надосадочную жидкость в отгонную колбу — плоскодонную колбу из термостойкого стекла вместимостью 1000 мл. Операцию повторяют несколько раз, доводя объем жидкости до половины объема отгонной колбы. В коническую колбу-приемник вместимостью 250 мл вливают мерным цилиндром 20 мл раствора с массовой долей борной кислоты 2%. Добавляют 3 капли смешанного индикатора и присоединяют приемник к шариковому холодильнику через аллонж таким образом, чтобы конец аллонжа был погружен в раствор борной кислоты на 3—5 мм. В отгонную колбу с раствором, осторожно наклонив ее, по стенке горла колбы приливают 80 мл раствора с массовой долей гидроокиси натрия 40%. Жидкости в колбе при этой операции не должны перемешиваться. Не взбалтывая

раствор, отгонную колбу присоединяют через стеклянный каплеуловитель к шариковому холодильнику. После этого содержимое колбы тщательно перемешивают круговыми движениями. Допускается приливание гидроокиси натрия через капельную воронку. В этом случае отгонную колбу с раствором сначала присоединяют к дистилляционному устройству, а затем открывают кран капельной воронки для введения гидроокиси натрия. После того, как дистилляционное устройство собрано и обеспечена его герметичность, пропускают водопроводную воду через холодильник. Включают нагревательный прибор и нагревают раствор в отгонной колбе до кипения. Когда раствор из приемника начнет засасываться в аллонж, колбу-приемник опускают так, чтобы конец аллонжа был выше уровня жидкости в приемнике. Отгонку продолжают до тех пор, пока объем дистиллята в приемнике не достигнет 150 мл. Раствор в приемнике титруют раствором серной кислоты $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0{,}02$ моль/л до изменения зеленой окраски индикатора на красно-фиолетовую. Одновременно проводят контрольный анализ на чистоту реактивов.

4.2. Фотометрический метод «индофеноловой зелени» по ЦИНАО

4.2.1. *Разложение почвы*

Навеску почвы 0,200 г берут на лабораторных весах и помещают в термостойкую пробирку вместимостью 50 мл. В пробирку по стенке приливают 2 мл раствора с массовой долей перекиси водорода 30%, смачивая ею всю навеску почвы. Через 2 мин дозатором приливают 3 мл концентрированной серной кислоты, содержащей селен. Содержимое пробирки перемешивают круговыми движениями, ставят в устройство для нагревания пробирок, помещают его в вытяжной шкаф и постепенно нагревают пробирки до 400° С. Озоление ведут при этой температуре до полного обесцвечивания раствора. Затем раствор оставляют для охлаждения при комнатной температуре и доливают дистиллированной водой до метки на пробирке. При отсутствии термостойких пробирок или нагревательного устройства допускается использование колб Кьельдаля вместимостью 50 мл. В этом случае после озоления органического вещества раствор количественно переносят в мерные колбы вместимостью 50 мл и доливают дистиллированной водой до метки. Одновременно проводят контрольный анализ без почвы.

4.2.2. *Определение азота*

1 мл прозрачного раствора, полученного при разложении почвы по п. 4.2.1, переносят дозатором в сухую плоскодонную или коническую колбу вместимостью 100 мл. К раствору добавляют дозатором 45 мл рабочего окрашивающего реактива по п. 3.7 и 2,5 мл рабочего раствора гипохлорита по п. 3.9. После добавления каждого реактива раствор перемешивают. Колбу с раствором остав-

ляют на 1 ч для образования устойчивой окраски. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют относительно нулевого раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см при длине волны 655 нм.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При титриметрическом методе азот рассчитывают по количеству серной кислоты, затраченной на титрование бората аммония. Общий азот в почве ($N_т$) в процентах вычисляют по формуле

$$N_т = \frac{V \cdot c \cdot 0{,}014 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot c \cdot 1{,}4}{m},$$

где V — объем серной кислоты, затраченной на титрование, мл;

c — молярная концентрация серной кислоты, $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)$, моль/л;

0,014 — молярная масса азота, г/ммоль;

m — масса сухой почвы, г;

100 — коэффициент пересчета на 100 г почвы.

Из полученного результата вычитают количество азота, найденное в контрольном анализе.

5.2. При фотометрическом методе строят градуировочный график. При построении графика по оси ординат откладывают величины измеренных оптических плотностей в растворах сравнения, приготовленных по п. 3.11, по оси абсцисс — соответствующие количества азота 0; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,006; 0,008; 0,012 мг. Градуировочный график строят в день анализа так, чтобы прямая проходила как можно ближе к точкам, полученным в результате единичного измерения растворов сравнения. По графику находят количество азота в миллиграммах в анализируемом объеме раствора. Общий азот в почве ($N_ф$) в процентах вычисляют по формуле

$$N_ф = \frac{a \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 1000} = \frac{a \cdot V_1}{V_2 \cdot m \cdot 10},$$

где a — количество азота в анализируемом объеме, найденное по графику, мг;

V_1 — общий объем раствора после разложения почвы, мл;

V_2 — объем раствора, взятый для анализа, мл;

m — масса сухой почвы, г;

100 — коэффициент пересчета на 100 г почвы;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

5.3. Массу сухой почвы (m) в граммах вычисляют по формуле

$$m = \frac{m_1}{1 + 0{,}01 \cdot W_г},$$

где m_1 — масса воздушно-сухой почвы, г;

$W_г$ — гигроскопическая влага, %.

5.4. За окончательный результат принимают единичные определения. Допускаемые расхождения между результатами двух анализов при оперативном контроле воспроизводимости измерений в одной пробе, выполненных в одной лаборатории (d) и разных лабораториях (D) с доверительной вероятностью $P=0{,}95$ не должны превышать значений:

$$d=0{,}006+0{,}08X;$$

$$D=0{,}07+0{,}11X$$

где X — среднее арифметическое значение сравниваемых результатов измерений, %.

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *Н. М. Ильичева*
Корректор *В. Ф. Малютина*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 28.04.84 Подп. к печ. 21.06.84 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,56 уч.-изд. л.
Тираж 16 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 511