ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53219— 2008 (ИСО 14255:1998)

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Определение содержания нитратного азота, аммонийного азота и общего азота в воздушно-сухих почвах с помощью хлорида кальция в качестве экстрагирующего вещества

ISO 14255:1998
Soil quality — Determination of nitrate nitrogen, ammonium nitrogen and total soluble nitrogen in air-dry soils using calcium chloride solution as extractant (MOD)

Издание официальное

БЗ 11—2008/434

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. №184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии имени Д.Н. Прянишникова» на основе русской версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 25 «Качество почв и грунтов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2008 г. № 713-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 14255:1998 «Качество почвы. Определение содержания нитратного, аммонийного и общего растворимого азота в экстракте хлорида кальция из воздушно-сухих почв (ISO 14255:1998 «Soil quality — Determination of nitrate nitrogen, ammonium nitrogen and total soluble nitrogen in air-dry soils using calcium chloride solution as extractant»). При этом дополнительные положения и требования, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Принцип . . . 1
4 Лабораторные пробы . . . 2
5 Экстракция . . . 2
6 Определение нитратного *(+ нитритного)* азота . . . 3
7 Определение аммонийного азота . . . 4
8 Минерализация и определение общего растворимого азота . . . 5
9 Градуировочная шкала . . . 6
10 Вычисление и представление результатов . . . 7
11 Контроль приемлемости результатов анализа . . . 7
12 Протокол испытаний . . . 8
Приложение А (справочное) Примеры систем сегментного проточного анализа . . . 9
Библиография . . . 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Определение содержания нитратного азота, аммонийного азота и общего азота в воздушно-сухих почвах с помощью хлорида кальция в качестве экстрагирующего вещества

Soil quality. Determination of nitrate nitrogen, ammonium nitrogen and total soluble nitrogen in air-dry soils using calcium chloride solution as extractant

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения фракций растворимого азота (нитратный, нитритный, аммонийный, азот органического вещества), экстрагируемых из воздушно-сухой почвы раствором хлорида кальция молярной концентрацией 0,01 моль/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип

Определяемые фракции азота почвы извлекают экстракцией из воздушно-сухих проб почвы раствором хлорида кальция $c(CaCl_2) = 0,01$ моль/дм^3.

Неорганические соединения азота [нитрат (+нитрит) и аммоний] определяют непосредственно в экстракте из почвы, применяют автоматизированные спектрометрические методы сегментированного проточного анализа. Все операции по подготовке экстракта к измерению, градуирование спектрофотометра и измерение концентрации определяемых фракций проводят в замкнутом протоке внутри эластичных силиконовых трубок. Проток экстракта и растворов реагентов осуществляют с помощью насоса, прокачивающего растворы ритмичным нажимом силиконовых трубок. Смешивание экстрагента с реагентами происходит в реакционных змеевиках пузырьками воздуха. Окрашенный раствор поступает в проточную кювету спектрофотометра, результат светопоглощения фиксируется самописцем. Азот органического вещества почвы, растворимый в экстрагирующем растворе $c(CaCl_2) = 0,01$ моль/дм^3, определяют расчетным методом

Издание официальное

путем вычитания азота минеральных соединений нитратов (+нитритов) и аммония из общего растворимого азота.

Примечания

1 Содержание растворимого органического азота может указывать на наличие легкоподвижной фракции органического вещества.

2 Содержание экстрагируемого аммонийного и органического азота в почве часто изменяется при высушивании по сравнению со свежей пробой почвы. На результаты определения влияет метод сушки [1].

3 Поскольку ручное определение различных фракций азота затруднительно, в настоящем стандарте описаны измерения с применением методов автоматизированных непрерывных измерений в протоке. Можно использовать другие методы, если они дают результаты, совпадающие с данными, получаемыми с использованием указанных автоматизированных методов.

4 Лабораторные пробы

Следует использовать пробу воздушно-сухой почвы, обработанную в соответствии с [2] и просеянную через сито с диаметром отверстий 2 мм. Часть этой пробы, отобранной в полевых условиях, используют для определения влажности в соответствии с [3].

5 Экстракция

5.1 Принцип

Фракции растворимого азота экстрагируют из воздушно-сухой почвы раствором хлорида кальция $c(CaCl_2) = 0{,}01$ моль/дм^3 при отношении почва: экстрагирующий раствор 1:10 при температуре (20 ± 1) °С. После достижения равновесия почвы с экстрагирующим раствором (2 ч) экстракт центрифугируют для определения различных фракций азота.

Примечания

1 Экстракцию проводят при постоянной температуре 20 °С, поскольку экстракция аммонийного азота и растворимого органического азота зависит от температуры экстрагирующего раствора [4]. В особых климатических условиях можно выбрать другую постоянную температуру. Использованная температура экстракции должна быть указана в отчете об испытании.

2 Предпочтительно применять центрифугирование, потому что большинство типов фильтровальной бумаги поглощают вещества или могут содержать аммиак. Если экстракты необходимо отфильтровать, фильтровальную бумагу следует хранить в эксикаторе над концентрированной серной кислотой или осушителем, содержащим серную кислоту, не менее недели перед использованием, а первые 20 см^3 фильтрата следует отбрасывать.

5.2 Реагенты

5.2.1 Используют только реагенты известной степени чистоты.

Вода дистиллированная с удельной проводимостью не более чем 0,2 мСм/м при температуре 25 °С (степень очистки 2 по [5]).

Аммония гидроксид (NH_4OH) ч.д.а., массовая доля аммиака $c(NH_3) = 25$ %.

Аммоний сернокислый [$(NH_4)_2SO_4$] ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Аммоний хлористый (NH_4Cl) ч.д. а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кадмий (порошок) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Калий азотнокислый (KNO_3) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Калий надсернокислый ($K_2S_2O_8$) ч.д. а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Калий-натрий виннокислый ($KNaC_4H_4O_6$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кальций хлористый 2-водный ($CaCl_2 \cdot H_2O$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Кислота ортофосфорная (H_3PO_4) ч.д.а., массовая доля основного вещества 85%.

Кислота соляная (HCl) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Медь (II) сернокислая безводная ($CuSO_4$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Натрия гидроксид (NaOH) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Натрия дихлороизоцианурат дигидрат ($Cl_2C_3N_3NaO_3 \cdot 2H_2O$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Натрия нитроферрицианид (нитропруссид) дигидрат ($Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2H_2O$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Натрий салициловокислый ($C_7H_5O_3Na$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Натрия тетраборат декагидрат ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный ($Na_3C_6H_5O_7$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

N-1-Нафтилэтилендиамин дигидрохлорид ($C_{12}H_{16}N_2Cl_2$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Полиоксиэтилена лауриловый эфир [$C_{12}H_{25}O(C_2H_4O)_n$] ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Сульфаниламид 5-(метилсульфанилметил)-1Н-пиримидин-2,4-дион ($C_6H_8N_2O_2S$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′- тетрауксусной кислоты 2-водная (ЭДТА, трилон Б) ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) ч.д.а., массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

5.2.2 Раствор хлорида кальция $c(CaCl_2) = 0,01$ моль/дм^3 для экстракции

Растворяют 1,47 г дигидрата хлорида кальция ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) в небольшом количестве дистиллированной воды по 5.2.1. Раствор доводят до объема 1 дм^3.

Примечание — При хранении $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ может поглощать воду. *В случае использования увлажненного реактива проводят контроль концентрации $CaCl_2$ в приготовленном экстрагирующем растворе титрованием трилоном Б в присутствии хромв кислотного темно-синего в качестве индикатора.*

5.3 Оборудование и посуда

5.3.1 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,0001 г.

5.3.2 Полиэтиленовые емкости с завинчивающимися пробками объемом 250 см^3.

5.3.3 Ротатор с оборотом на 360° и числом оборотов от 150 до 250 об/мин.

5.3.4 Центрифуга, пригодная для используемых центрифужных пробирок.

5.3.5 Полиэтиленовые центрифужные пробирки на 100 см^3 или другого приемлемого объема.

Примечание — Здесь и далее по тексту используемая мерная посуда должна быть поверена при ее выпуске или в рабочем порядке.

5.4 Методика *экстракции из почвы растворимых фракций азота*

Взвешивают 10,00 г лабораторной пробы почвы в полиэтиленовую емкость по 5.3.2.

Добавляют 100,0 см^3 раствора хлорида кальция по 5.2.2 при средней температуре воздуха в лаборатории 20 °С. Механически встряхивают по 5.3.3 в течение 2 ч.

Наливают необходимое количество суспензии экстракта в центрифужные пробирки по 5.3.5 и центрифугируют по 5.3.4 в течение 10 мин при ускорении 3000 g. Декантируют надосадочную жидкость в стакан или мерный цилиндр. В аналите измеряют содержание нитратного *(+ нитритного)*, нитритного (при необходимости), аммонийного и общего растворимого азота, как описано в разделах 6, 7, 8 и 9, соответственно.

Выполняют холостой опыт, добавляя только раствор хлорида кальция по 5.2.2 в полиэтиленовые емкости по 5.3.2.

Фракции растворимого азота в экстракте следует измерять сразу после экстракции, не позже чем через день. Если это невозможно, экстракты должны храниться в холодильнике при температуре не выше 4 °С не дольше семи дней. *Перед анализом экстракта его температуру необходимо довести до температуры воздуха в лаборатории.*

6 Определение нитратного *(+ нитритного)* азота

6.1 Принцип

В системе сегментного проточного анализа (СПА) пробу прежде всего подвергают диализу. Нитрат- и нитрит-ионы из пробы проходят через мембрану и уносятся потоком буферного раствора по 6.2.2. Восстанавливают нитрат в нитрит при помощи кадмия по 6.2.3. Затем добавляют *окрашивающий реактив* (α-нафтилэтилендиамин дигидрохлорид и сульфаниламид) по 6.2.5, в результате реакции в кислой среде образуется красное азосоединение. Измеряют оптическую плотность соединения при 543 нм.

Примечания

1 Диализ необходим для отделения нитрат-ионов от *механических* загрязняющих веществ, таких как твердые частицы, коллоиды и окрашенные органические соединения.

2 Окрашивающий реактив известен под названием реактива Грисса–Илосвая.

Содержание нитрита в почвах обычно пренебрежимо мало. В этом случае сумма нитрата и нитрита соответствует содержанию нитрата. В отдельных случаях, когда нитрификация в почвах протекает слабо, содержание нитрита следует определять отдельно.

6.2 Реагенты

6.2.1 Увлажняющий агент — *полиоксиэтилена лауриловый эфир разбавляют водой до концентрации 30 % (по объему).*

Примечание — Увлажняющий агент не должен храниться дольше чем 6 мес.

6.2.2 Буферный раствор

Растворяют 25 г хлорида аммония (NH_4Cl) в небольшом объеме воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. Добавляют 12,5 см^3 раствора 3 %-ного гидроксида аммония (NH_4OH) и 1 см^3 увлажняющего агента по 6.2.1. Доводят водой до метки и перемешивают.

Кислотность раствора определяют с помощью pH-метра. Кислотность раствора должна находиться в диапазоне 6—8 pH.

6.2.3 Cd/Cu-содержащий восстановитель

Перемешивают около 5 г порошка кадмия (размер частиц от 0,3 до 0,8 мм) с 30 см^3 соляной кислоты c(HCl) = 1 моль/дм^3 в течение 1 мин. Промывают водой декантацией до отсутствия кислоты (*по лакмусовой бумаге*). Затем добавляют около 50 см^3 раствора меди II сернокислой ($CuSO_4$) массовой концентрации 20 г/см^3 и перемешивают 3 мин. Промывают водой декантацией не менее 10 раз для удаления хлопьев меди. Хранят Cd/Cu- восстановитель в темноте.

6.2.4 Восстановительная колонка

Заполняют U-образную колонку по 6.3.2 буферным раствором по 6.2.2, следя за тем, чтобы не было пузырьков воздуха. С помощью воронки вводят Cd/Cu-содержащий восстановитель по 6.2.3 с двух сторон колонки. Периодически уплотняют порошок вибрацией. Заполняют колонку до уровня на 5 мм ниже краев и затыкают ее концы пробками из стекловолокна. Теперь колонка готова и может быть установлена в СПА-систему.

Примечание — Для увеличения срока службы восстановителя следует поместить медную проволоку в начале восстановительной трубки и заменять ее по мере необходимости.

6.2.5 Окрашивающий реактив

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 0,5 дм^3 воды и добавляют 150 см^3 85 %-ной фосфорной кислоты (H_3PO_4). Добавляют 0,5 г α-нафтилэтилендиамин дигидрохлорида ($C_{12}H_{16}N_2Cl_2$) и перемешивают до растворения. Затем к смеси добавляют 0,5 г сульфаниламида ($C_6H_8N_2O_2S$) и доводят водой до метки.

6.3 Оборудование

6.3.1 Система сегментного проточного анализа

Система включает в себя пробоотборник, насос, блок диализа, восстановительную колонку, нитратный блок, фотометр и записывающее устройство. Блок-схема соответствующей системы сегментного проточного анализа (СПА) приведена в приложении А (рисунок А.1). Следует отметить, что эта блок-схема может потребовать уточнения, в зависимости от применяемой системы.

6.3.2 Восстановительная колонка

Это U-образная стеклянная колонка длиной около 15 см внутренним диаметром 2 мм, снабженная муфтами для соединения со СПА-системой. Можно использовать готовые колонки, заполненные кадмием, которые поставляет изготовитель СПА-систем, либо приготовить самим по 6.2.3, 6.2.4.

Примечание — Такая структура СПА-системы позволяет определять нитрит после простого удаления восстановительной колонки (приложение А, рисунок А.2).

7 Определение аммонийного азота

7.1 Принцип

В СПА-системе сначала проводят диализ пробы. Определение аммония основано на реакции Бертло [6], [7], в которой фенольное производное (в данном случае, салицилат) образует индофенол в присутствии аммиака и гипохлорита под действием катализатора нитроферрицианида (нитропруссида) натрия. В щелочной среде образующийся индофенол имеет зелено-голубую окраску, оптическую плотность соединения измеряют при 660 нм.

Примечание — Диализ почвенного экстракта необходим из-за возможного помутнения почвенных центрифугатов.

7.2 Реагенты

7.2.1 Буферный раствор с pH 5,2

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 24 г цитрата натрия ($Na_3C_6H_5O_7$) и 33 г натрия-калия виннокислого ($KNaC_4H_4O_6$). Доводят водой до метки. Добавляют 1 см^3 увлажняющего агента (по 6.2.1). Кислотность раствора определяют с помощью pH-метра.

7.2.2 Окрашивающий реагент

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают около 800 см^3 воды, растворяют 80 г салицилата натрия ($C_7H_5O_3Na$) и 25 г гидроксида натрия (NaOH). Доводят до метки водой.

7.2.3 Раствор нитроферрицианида (нитропруссида)

Растворяют 1 г дигидрата нитроферрицианида натрия $Na_2[Fe(CN)_5NO]\cdot 2H_2O$ в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3.

7.2.4 Раствор изоцианурата

Растворяют 2 г дихлороизоцианурата натрия ($Cl_2C_3N_3NaO_3\cdot 2H_2O$) и 25 г гидроксида натрия (NaOH) в небольшом объеме воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. Доводят до метки водой.

7.3 Оборудование

7.3.1 Система сегментного проточного анализа

Система включает в себя пробоотборник, насос, блок диализа, аммонийный блок, фотометр и записывающее устройство. Блок-схема соответствующей системы сегментного проточного анализа приведена в приложении А (рисунок А.3). Блок-схема может потребовать уточнения, в зависимости от применяемой системы.

8 Минерализация и определение общего растворимого азота

8.1 Принцип

В системе сегментного проточного анализа органические соединения в экстракте минерализуют действием персульфата калия ($K_2S_2O_8$) при pH 4,0. Затем ионы аммония, присутствовавшие в исходной пробе и образованные в процессе минерализации, окисляют в нитрат действием персульфата калия, катализируемым ультрафиолетовым (УФ) облучением. Пробу подвергают диализу и определяют содержание нитрата спектрофотометрическим методом после восстановления в нитрит (см. приложение А, рисунок А4, позиция D).

Примечания

1 Диализ почвенного экстракта необходим из-за возможного помутнения почвенных центрифугатов.

2 Если массовая концентрация органического углерода в экстрактах больше 50 мг/дм^3, это может превысить буферную способность системы. В этих случаях экстракты перед измерениями должны быть разбавлены.

8.2 Реагенты

8.2.1 Борный буферный раствор

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 38 г декагидрата тетрабората натрия ($Na_2B_4O_7\times$ $\times 10H_2O$) в 200 см^3 воды. Добавляют 4 г гидроксида натрия (NaOH) и доводят водой до метки. Нельзя добавлять увлажняющий агент (по 6.2.1).

8.2.2 Окислитель

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 52 г персульфата калия ($K_2S_2O_8$) в 500 см^3 воды и доводят водой до метки. Перемешивают и оставляют раствор в холодильнике на 24 ч. Затем прозрачный надосадочный экстракт сливают декантацией для дальнейшего использования. Нельзя добавлять увлажняющий агент (по 6.2.1).

8.2.3 Буферный раствор

В мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют 25 г хлорида аммония (NH_4Cl) в воде и доводят до метки. Добавляют 1 см^3 25 %-ного раствора гидроксида аммония (NH_4OH) и 1 см^3 увлажняющего агента (по 6.2.1) и тщательно перемешивают.

8.2.4 Cd/Cu-содержащий восстановитель

См. 6.2.3.

8.2.5 Окрашивающий реагент

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают приблизительно 600 см^3 воды, осторожно приливают 150 см^3 85 %-ной фосфорной кислоты (H_3PO_4), добавляют 10 г сульфаниламида ($C_6H_8N_2O_2S$), 1 г динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) и 0,5 г N-(1-нафтил)этилендиамидигидрохлорида ($C_{12}H_{16}Cl_2N_2$), перемешивают до растворения и доводят водой до метки. Полученный раствор хранят при комнатной температуре.

8.3 Оборудование

8.3.1 Система сегментного проточного анализа

Система включает в себя пробоотборник, насос, блок диализа, блок общего растворимого азота, фотометр и записывающее устройство. Блок-схема соответствующей системы сегментного проточного анализа приведена в приложении А (рисунок А.4). Блок-схема может потребовать уточнения, в зависимости от применяемой системы.

8.3.2 Восстановительная колонка

См. 6.3.2.

9 Градуировочная шкала

9.1 Реагенты

9.1.1 Раствор хлорида кальция, молярность концентрации $c(CaCl_2) = 0,1$ моль/дм^3

Растворяют 14,7 г дигидрата хлорида кальция ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) в воде и доводят объем раствора до 1 дм^3.

9.1.2 Основной смешанный раствор

Взвешивают 2,708 г нитрата калия (KNO_3) и 0,943 г сульфата аммония [$(NH_4)_2SO_4$]. Растворяют их в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 и доводят водой до метки.

Перед использованием соли должны быть высушены в сушильном шкафу при температуре 150 °С до постоянной массы.

Примечание — Используют основной смешанный раствор, потому что NO_3—N (+ NO_2—N), NH_4—N и растворимый органический N определяют одновременно.

9.2 Методика

Вносят пипеткой 0,5, 1,0, 1,5 и 2,0 см^3 основного смешанного раствора (по 9.1.2) в мерные колбы на 250 см^3, оставляя одну холостую пробу. Добавляют 25 см^3 раствора хлорида кальция (по 9.1.1) и доводят водой до метки. Градуировочные растворы готовят непосредственно перед использованием. Они должны включать концентрации, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 — Концентрации градуировочных растворов *для трех систем СПА*

Фракция азота	Массовая концентрация, мг/дм^3				
NO_3 — N	0	0,75	1,50	2,25	3,00
NH_4 — N	0	0,40	0,80	1,20	1,60
Общий растворимый азот	0	1,15	2,30	3,45	4,60

Используют аликвоты центрифугатов, приготовленные по 5.4. Помещают почвенные экстракты, холостые растворы и градуировочные растворы в автоматический пробоотборник. Проводят сегментный проточный анализ в соответствии с блок-схемами, приведенными в приложении А (или в соответствии с инструкцией изготовителя).

Строят градуировочные графики и записывают полученные концентрации азота, снимая показания записывающего устройства.

Примечание — Принцип работы записывающего устройства зависит от фирмы, выпускающей используемое оборудование.

10 Вычисление и представление результатов

Содержание различных фракций азота в почвенном материале W_N, выраженное в мг/кг (млн$^{-1}$), рассчитывают по формуле

$$W_N = (a - b) \cdot 10 \cdot (100 + W_B)/100, \quad (1)$$

где a — массовая концентрация NO_3—N (приложение А, рисунок А.1) или NH_4—N (приложение А, рисунок А.3) или общего растворимого N (приложение А, рисунок А.4) в почвенном экстракте, мг/дм^3;

b — массовая концентрация NO_3—N, или NH_4—N или общего растворимого N в холостом опыте, мг/дм^3; определяют аналогично анализу рядовых проб;

W_B — содержание влаги в воздушно-сухой почве, определенное в соответствии с [3], %;

10 — поправка на разбавление градуировочных растворов в системе в процессе анализа.

Результат рассчитывают до 3 значащих цифр, например, 1,75; 17,5; 175. Результаты представляют в пересчете на почву в мг/кг (млн$^{-1}$).

11 Контроль приемлемости результатов анализа

11.1 Допускаемые расхождения между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-6 при определении нитратного азота в пробах почвы с измерением в системе проточного анализа (СПА) (приложение А, рисунок А.1), приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений NO_3 — N в почве, мг/кг (млн$^{-1}$)	*Предел повторяемости при $n = 2$, $P = 0,95$; $r_{отн}$, %*
До 7,5	*25*
Св. 7,5 до 15,0 включ.	*15*
Св. 15,0	*10*

11.2 Допускаемые расхождения между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-6 при определении нитритного азота в пробах почвы с измерением в системе проточного анализа (СПА) (приложение А, рисунок А.2), приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений NO_2 — N в почве, мг/кг (млн$^{-1}$)	*Предел повторяемости при $n = 2$, $P = 0,95$, $r_{отн}$, %*
До 4,0 включ.	*25*
Св. 4,0 до 12,0 включ.	*20*
Св. 12,0	*10*

11.3 Допускаемые расхождения между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-6 аммонийного азота в пробах почвы с измерением в системе проточного анализа (СПА) (приложение А, рисунок А.3), приведены в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон измерений NH_4— N в почве, мг/кг (млн$^{-1}$)	*Предел повторяемости при $n = 2$, $P = 0,95$; $r_{отн}$, %*
До 11,0 включ.	*20*
Св. 11,0 до 25,0 включ.	*15*
Св. 25,0	*10*

11.4 Контроль повторяемости результатов определения в почве содержания нитратного (NO_3—N), нитритного (NO_2—N), аммонийного (NH_4—N) и общего растворимого азота в вытяжках

хлорида кальция $c(CaCl_2) = 0,01$ моль/дм^3 из воздушно-сухих почв рекомендуется проводить ежедневно (с каждой партией анализируемых проб) по формуле

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, выполненных в условиях повторяемости, мг/кг (млн$^{-1}$);

$X_{ср}$ — среднее арифметическое двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, мг/кг (млн$^{-1}$);

$r_{отн}$ — пределы погрешности повторяемости, приведенные в таблицах 2,3,4 для соответствующих диапазонов измерений, %.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полное описание пробы;

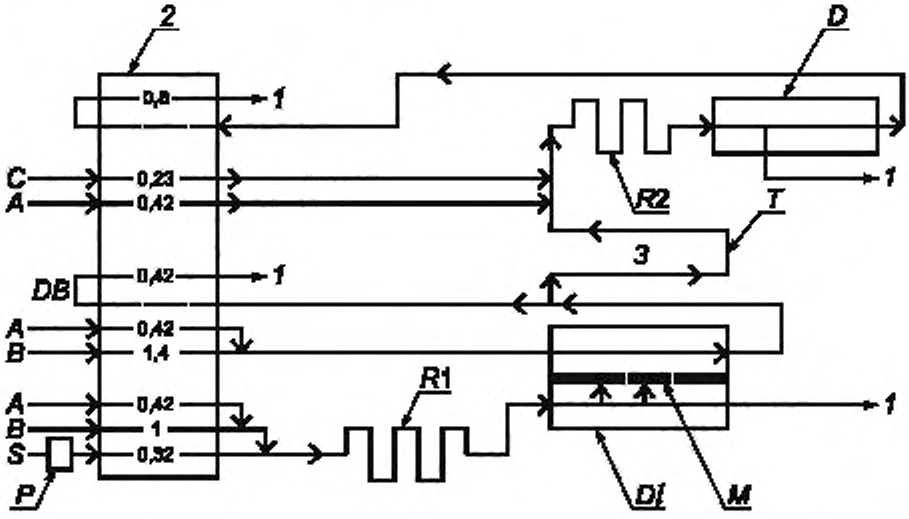
c) результаты определения;

d) подробное описание всех операций, отсутствующих в настоящем стандарте или необязательных, а также все факторы, которые могут влиять на результаты определения (например, температура экстрагирующего раствора).

Приложение А
(справочное)

Примеры систем сегментного проточного анализа

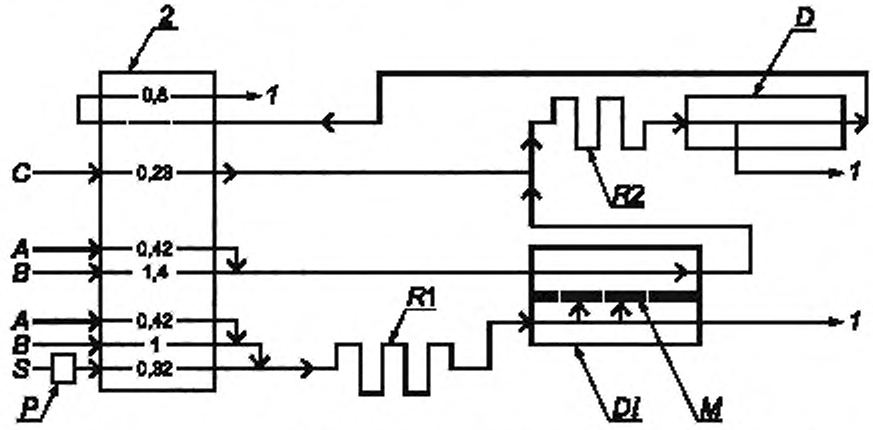
Значения скорости потока приведены в $см^3$/мин



1 — слив; *2* — насос: *3* — восстановление нитрата; *S* — экстракт из почвы; *B* — буферный раствор (6.2.2); *A* — сегментирующий воздух, *DB* — противопузырьковое устройство; *C* — окрашивающий реагент (6.2.5); *R1* — реакционный змеевик 1, длина 40 см (5 витков), внутренний диаметр 1,5 мм; *R2* — реакционный змеевик 2, длина 150 см (20 оборотов), внутренний диаметр 1,5 мм, *DI* — диализатор, длина желобка 15 см; *M* — мембрана диализатора; *T* — U-образная восстановительная трубка, длина 15 см, внутренний диаметр 2 мм, заполненная порошком кадмия, содержащего медь (6.2.4); *D* — детектор, проточная кювета длиной 50 мм, фильтр на 540 нм; *P* — *автоматический пробоотборник*

Рисунок А.1 — Пример системы сегментированного проточного анализа для определения суммы нитратного и нитритного азота

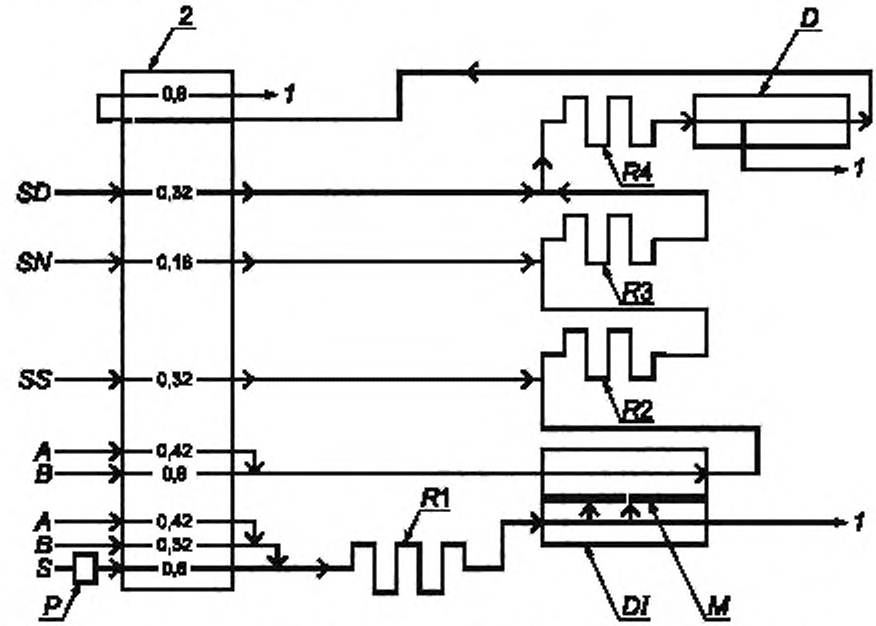
Значения скорости потока приведены в $см^3$/мин



1 — слив; *2* — насос; *S* — экстракт из почвы, *B* — буферный раствор (6.2.2) , *A* — сегментирующий воздух; *C* — окрашивающий реагент (6.2.5); *R1* — реакционный змеевик 1, длина 40 см (5 витков), внутренний диаметр 1,5 мм; *R2* — реакционный змеевик 2, длина 150 см (20 оборотов), внутренний диаметр 1,5 мм; *DI* — диализатор, длина желобка 15 см; *M* — мембрана диализатора; *D* — детектор, проточная кювета длиной 50 мм, фильтр на 540 нм; *P* — *автоматический пробоотборник*

Рисунок А.2 — Пример системы сегментированного проточного анализа для определения нитритного азота

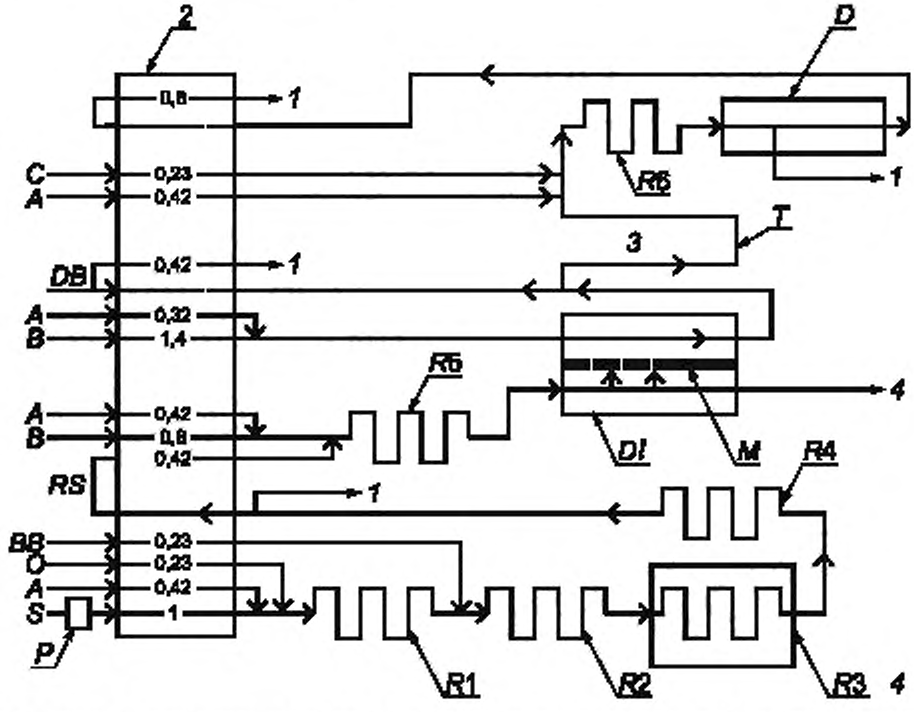
Значения скорости потока приведены в $см^3$/мин



1 — слив; 2 — насос; *S* — экстракт из почвы; *B* — буферный раствор (6.2.2); *A* — сегментирующий воздух; *SS* — окрашивающий реагент, раствор салицилата натрия (7.2.2); *SN* — раствор нитропруссида натрия; *SD* — раствор дихлороизоцианурата натрия (7.2.3); *R1*, *R2*, *R3* — реакционные змеевики, длина 40 см (5 оборотов), внутренний диаметр 1,5 мм, *R4* — реакционный змеевик, длина 370 см (50 оборотов), внутренний диаметр 1,5 см, при постоянной температуре 40 °С; *DI* — диализатор, длина желобка 30 см, *M* — мембрана диализатора; *D* — детектор. проточная кювета длиной 50 мм, фильтр на 660 нм; *P* — *автоматический пробоотборник*

Рисунок А.3 — Пример системы сегментированного проточного анализа для определения аммонийного азота

Значения скорости потока приведены в $см^3$/мин



1 — слив, *2* — насос; *3* — восстановление нитрата; *4* — ультрафиолетовая минерализация; *S* — экстракт из почвы. *A* — сегментирующий воздух; *O* — окислитель (8.2.2), *BB* — боратный буферный раствор (8.2.1), *RS* — повторный отбор пробы; *B* — буферный раствор (8.2.3); *DB* — противопузырьковое устройство; *C* — окрашивающий реагент (8.2.5); *R*1 — реакционный змеевик 1, длина 435 см (50 витков), внутренний диаметр 1,5 мм; *R*2, *R*4, *R*5 — реакционные змеевики, длина 75 см (10 оборотов), внутренний диаметр 1,5 мм; *R*3 — кварцевый реакционный змеевик, длина 260 см (23 оборота), внутренний диаметр 1,8 мм, вставленная в ячейку ультрафиолетового облучения; *R*6 — реакционный змеевик 1, длина 150 см (20 витков), внутренний диаметр 1,5 мм; *DI* — диализатор, длина желобка 15 см; *M* — мембрана диализатора; *T* — U-образная восстановительная трубка, длина 15 см, внутренний диаметр 2 мм, заполненная порошком кадмия, содержащего медь (8.2.4) ; *D* — детектор, проточная кювета длиной 50 мм, фильтр на 540 нм; *P* — *автоматический пробоотборник*

Рисунок А.4 — Пример системы сегментированного проточного анализа для определения общего растворимого азота

Библиография

[1] Sterckeman, T. and Ciesielsky, H. — Principaux facteurs influant sur la détermination de l'azote minéral des sols. *Actes des Troisièmes Journées de l'Analyse de Terre, GEMAS, Blois,* 101—121 (1991)

[2] ИСО 11464:1994 — Качество почвы. Подготовка проб к физико-химическим анализам

[3] ИСО 11465:1994 — Определение массовой доли сухого вещества и влаги. Гравиметрический метод

[4] Houba, V.J.G., Novozamsky, I., Uittenbogaard, J. and van der Lee, J.J. — Automatic determination of «total soluble nitrogen» in soil extracts. *Landw. Forsch.* 40, 295—302 (1987)

[5] ИСО 3696:1987 — Вода для использования в лаборатории. Технические условия и методы анализа

[6] Krom, M. — Spectrophotometric determination of ammonia. a study of modified Berthelot reaction using salicylate and dichloroisocyanurate. *The Analyst*, April 1980

[7] Searle, P.L. — The Berthelot or indophenol reaction and its use in the analysis chemistry of nitrogen. *The Analyst,* 109, May 1984

УДК 637.544:006.354 ОКС13.080.05 Н09

Ключевые слова: качество почвы, испытания почв, химический анализ, определение содержания, неорганические соединения азота, нитратный азот, нитритный азот, аммонийный азот, азот растворимого органического вещества, методы экстракции, спектрометрический метод

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 25.08.2009. Подписано в печать 22.09.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 268 экз. Зак. 614.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru