ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58596— 2019

ПОЧВЫ

Методы определения общего азота

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии имени Д.Н. Прянишникова» (ФГБНУ «ВНИИ агрохимии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 025 «Качество почв, грунтов и органических удобрений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 октября 2019 г. № 955-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2019

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОЧВЫ

Методы определения общего азота

Soils. Methods for determination of total nitrogen

Дата введения — 2020—01—01

1 Область применения

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

Настоящий стандарт применяется при выполнении почвенных, агрохимических, эколого-токсикологических и мелиоративных обследований и при оценке пригодности нарушенного плодородного слоя почв для землевания.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.229 Государственная система обеспечения единства измерений. Спектрофотометры инфракрасные. Методика поверки

ГОСТ 8.298 Государственная система обеспечения единства измерений. Колориметры фотоэлектрические лабораторные. Методика поверки

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 244 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3773 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4145 Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204 (СТ СЭВ 3856—82) Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов. В части приготовления метилового красного

ГОСТ 5180 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые

ГОСТ 9656 Кислота борная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 10298 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10929 (СТ СЭВ 5768—86) Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17628 Реактивы. Натрий салициловокислый

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27593 Почвы. Термины и определения

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ 27593.

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 В настоящем стандарте предлагается использование веществ/процедур, которые могут нанести вред здоровью/оборудованию, если не соблюдать соответствующие правила безопасности. Это касается только технической пригодности и не освобождает пользователя от правовых обязательств, касающихся охраны здоровья и безопасности/охраны окружающей среды на любом этапе.

4.2 Пробы почвы должны храниться в помещении, свободном от паров аммиака.

4.3 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.

4.4 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.

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

5 Средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы

5.1 Средства измерений

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 8.298, спектрофотометр по ГОСТ 8.229 или другие аналогичные приборы, позволяющие работать в интервале длин волн 630—655 нм.

Весы лабораторные специального класса точности с предельной нагрузкой 200 г и весы лабораторные высокого класса точности с предельной нагрузкой 1 кг по ГОСТ 24104.

5.2 Аппаратура

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 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 6613.

Мерка, вмещающая 4,5 г сухой смеси катализаторов.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80), наливные.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 (ИСО 104—83, ИСО 4788—80), наливные.

Колбы плоскодонные, конические Кьельдаля по ГОСТ 25336.

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

Дозаторы ШД-115 и ДАЖ-115 или бюретки и пипетки 2-го класса, по ГОСТ 29169.

Стаканы и пробирки стеклянные по ГОСТ 25336.

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

5.3 Реактивы

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Известь хлорная техническая.

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

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

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

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Метиловый красный по ГОСТ 4919.1, спиртовой раствор с массовой долей 0,4 %.

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

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор C(NaOH) = 2 моль/л.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий салициловокислый по ГОСТ 17628.

Натрий нитропруссидный.

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

Реактив Несслера по ГОСТ 4517.

Селен по ГОСТ 10298.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 5962 высшего сорта.

6 Подготовка к проведению определения

6.1 Приготовление катализаторов

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

6.2 Приготовление серной кислоты, содержащей селен

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

Примечание — Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

6.3 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.

6.4 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—2016.

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

Для приготовления 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.

6.6 Приготовление запасного окрашивающего раствора на присутствие аммиака

Для приготовления 56,7 г салициловокислого натрия; 16,7 калия-натрия виннокислого; 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.

6.7 Приготовление рабочего окрашивающего раствора

Рабочий окрашивающий раствор готовят в день анализа. К 250 мл запасного раствора по п. 6.6 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 тщательно перемешивают.

6.8 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 суток, после чего осторожно сливают верхний прозрачный слой в склянку из темного стекла. Раствор можно хранить в холодильнике до 1 года.

В приготовленном растворе определяют 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 $C(Na_2S_20_3)$ = 0,1 моль/л до исчезновения желтой окраски. 1 мл раствора тиосульфата $C(Na_2S_20_3)$ = 0,1 моль/л соответствует 0,0035 г свободного хлора.

6.9 Приготовление рабочего раствора гипохлорита натрия

Рабочий раствор готовят в день анализа. Запасной раствор по п. 6.8 разбавляют дистиллированной водой без аммиака до массовой концентрации свободного хлора 0,12 г в 100 мл.

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

6.11 Приготовление растворов шкалы сравнения

Шкалу сравнения готовят в день анализа. Из каждой колбы по п. 6.10 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.

7 Проведение анализа

7.1 Титриметрический метод

7.1.1 Разложение почвы

Для почв с массовой долей органического вещества более 2 % берут навеску 2,0 г, для почв с массовой долей органического вещества 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.

7.1.2 Определение азота

После разложения почвы по 7.1.1 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.

Примечание — 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.

7.2 Фотометрический метод «индофеноловой зелени»

7.2.1 Разложение почвы

Навеску почвы 0,2 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.

Примечание — 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.

7.2.2 Определение азота

1 мл прозрачного раствора, полученного при разложении почвы по 7.2.1, переносят дозатором в сухую плоскодонную или коническую колбу вместимостью 100 мл. К раствору добавляют дозатором 45 мл рабочего окрашивающего реактива по 6.7 и 2,5 мл рабочего раствора гипохлорита по 6.9. После добавления каждого реактива раствор перемешивают.

Колбу с раствором оставляют 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.

8 Обработка результатов

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

$$N_T = \frac{V \cdot C \cdot 0{,}014 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot C \cdot 1{,}4}{m},$$

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

C — молярная концентрация серной кислоты, $C(\frac{1}{2}H_2SO_4)$ = 0,02 моль/л;

0,014 — молярная масса азота, г/моль;

m — масса сухой почвы, г.

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

8.2 При фотометрическом методе строят градуировочный график.

При построении графика по оси ординат откладывают величины измеренных оптических плотностей в растворах сравнения, приготовленных по 6.11, 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 перевода %-ое содержание;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов в граммы.

8.3 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;

$W_Г$ — величина гигроскопической влаги, %.

8.4 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:

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

$$D = 0,07 + 011X,$$

где X — среднеарифметическое значение сравниваемых результатов измерений, %.

УДК 631.423 ОКС 13.080

Ключевые слова: почвы, общий азот, методы определения общего азота

БЗ 10—2019/34

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.10.2019. Подписано в печать 24.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru