УДК 624.131.371:631:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРУНТЫ ТЕПЛИЧНЫЕ

Метод определения аммонийного азота

Greenhouse grounds.
Method for determination
of ammonium

ГОСТ
27753.8—88

ОКСТУ 0017

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на тепличные грунты и устанавливает фотометрический метод определения аммонийного азота в водной вытяжке с целью оценки обеспеченности растений аммонийным азотом.

Сущность метода заключается в получении окрашенного индофенольного соединения, образующегося в щелочной среде при взаимодействии аммония с гипохлоритом и салицилатом натрия и последующем фотометрировании раствора.

Предельные значения суммарной относительной погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют:

43% — в диапазоне концентраций аммонийного азота до 60 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 120 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

21% — в диапазоне концентраций аммонийного азота свыше 60 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 120 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

Общие требования к выполнению анализов — по ГОСТ 27753.0.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Метод отбора проб — по ГОСТ 27753.1.

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Дозаторы или пипетки и бюретки для отмеривания 2 и 40 $см^3$ раствора по ГОСТ 20292.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$, исполнение 1 по ГОСТ 20292.

Технологические емкости или конические колбы вместимостью не менее 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Электроплитка.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 и весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Стаканы химические из термостойкого стекла вместимостью 1000 $см^3$, тип В, исполнение 1 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Известь хлорная по ГОСТ 1692.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Калий иодистый по ГОСТ 4232.

Натрий нитропруссидный 2-водный.

Натрий салициловокислый.

Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068 или стандарт-титр для приготовления раствора молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н).

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/$дм^3$ (1 н).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Приготовление запасного окрашивающего раствора**

(56,7±0,1) г салициловокислого натрия, (16,7±0,1) г калия — натрия виннокислого и (26,7±0,1) г гидроокиси натрия помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 700 $см^3$ воды и кипятят в течение 20 мин для удаления аммиака. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и добавляют (0,40±0,01) г нитропруссидного натрия. После полного растворения навески доводят объем раствора до метки водой.

Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике не более 2 мес.

3.2. **Приготовление рабочего окрашивающего раствора**

Запасной окрашивающий раствор разбавляют 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 молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н)

Раствор готовят по ГОСТ 25794.2 или из стандарт-титра.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 года.

3.4. **Приготовление запасного раствора гипохлорита натрия**

(150,0±0,1) г хлорной извести помещают в стакан вместимостью 1000 см³, прибавляют 250 см³ воды и перемешивают.

(150,0±0,1) г углекислого натрия помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 250 см³ 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 помещают 1 см³ приготовленного раствора гипохлорита и разбавляют его водой до объема 40—50 см³. Прибавляют (2,0±0,1) г иодистого калия и 10 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³. Образовавшийся иод титруют раствором серноватистокислого натрия до исчезновения вишневой окраски. Титрование проводят три раза и для расчета точной концентрации используют среднее арифметическое результатов трех титрований.

Массовую концентрацию активного хлора (X) в запасном растворе гипохлорита натрия в граммах на дециметр кубический вычисляют по формуле

$$X=0{,}00355\cdot V\cdot 1000,$$

где 0,00355 — масса активного хлора, эквивалентная 1 см³ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)=0{,}1$ моль/дм³, г;

V — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

1000 — коэффициент пересчета.

Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике не более 1 года. Концентрацию активного хлора в растворе проверяют не реже одного раза в 3 мес.

3.5. **Приготовление раствора гипохлорита натрия с массовой концентрацией активного хлора 1,25 г/дм³**

Запасной раствор гипохлорита натрия разбавляют водой до заданной концентрации. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.6. **Приготовление растворов сравнения**

3.6.1. Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией аммонийного азота 0,5 г/дм³

(1,910±0,001) г хлористого аммония, высушенного до постоянной массы при температуре 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

3.6.2. Приготовление серии растворов сравнения

Серию растворов сравнения готовят по ГОСТ 27753.0. Объемы исходного раствора, необходимые для приготовления серии растворов сравнения, указаны в таблице.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем исходного раствора, см³	0	0,5	0,1	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0
Массовая концентрация аммонийного азота в растворе сравнения, г/дм³	0	0,0025	0,005	0,0075	0,010	0,015	0,020	0,025
В пересчете в массовую долю аммонийного азота в грунте, млн$^{-1}$ (мг/кг):								
при отношении грунта и воды 1:5	0	12,5	25,0	37,5	50,0	75,0	100	125
при отношении грунта и воды 1:10	0	25	50	75	100	150	200	250

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. **Приготовление водной вытяжки из грунтов**

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

4.2. **Определение аммонийного азота**

В технологические емкости или конические колбы помещают по 2 см³ растворов сравнения и анализируемых вытяжек. К пробам прибавляют по 40 см³ рабочего окрашивающего раствора и по 2 см³ раствора гипохлорита натрия с массовой концентрацией активного хлора 1,25 г/дм³. Окрашенные растворы фотометрируют не ранее, чем через 1 ч и не позднее, чем через 2,5 ч после

прибавления раствора гипохлорита натрия. Фотометрирование проводят относительно раствора сравнения № 1 в кювете толщиной слоя 1 см при длине волны 655 нм или используя красный светофильтр с максимумом пропускания в области 630—670 нм.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0

Градуировочный график должен иметь вид прямой линии, проходящей через начало координат. По градуировочному графику определяют массовую долю аммонийного азота в грунте. Результат анализа выражают в миллионных долях.

5.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P=0{,}95$ результатов двух повторных анализов от их среднего арифметического при выборочном контроле составляют:

30% — в диапазоне концентраций аммонийного азота до 60 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и до 120 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%;

15% — в диапазоне концентраций аммонийного азота свыше 60 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30% и свыше 120 млн$^{-1}$ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным агропромышленным комитетом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

С. Г. Самохвалов (руководитель темы), канд. с.-х. наук; **Н. В. Соколова; Н. В. Василевская**, канд. с.-х. наук; **В. Г. Прижукова**, канд. с.-х. наук; **Л. И. Молканова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта СССР от 23.12.88 № 4568

3. СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ — 1993 г.

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 1692—85	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 25794.2—83	3.3
ГОСТ 3773—72	2	ГОСТ 27068—86	2
ГОСТ 4232—74	2	ГОСТ 27753.0—88	Вводная часть, 3.6.2, 5.1
ГОСТ 4328—77	2		
ГОСТ 5845—79	2		
ГОСТ 10652—73	2	ГОСТ 27753.1—88	1
		ГОСТ 27753.2—88	4.1

gost.e-ecolog.ru