УДК 622.331.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА

Методы определения аммиачного азота

Peat and products of its processing for agriculture. Methods for determination of ammonia nitrogen

ГОСТ 27894.3—88

ОКСТУ 0309

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на торф и продукты его переработки для сельского хозяйства и устанавливает методы определения аммиачного азота.

Сущность методов заключается в извлечении обменно-поглощенного аммиака растворами соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) и 0,2 моль/дм^3 (0,2 н) из торфа, торфяных удобрений, прессованной, формованной и гранулированной торфяной продукции, а также водорастворимого аммиака — дистиллированной водой из микропарников, торфяных грунтов, субстратов, торфяных питательных смесей с последующим фотоколориметрическим определением в вытяжках аммиачного азота в виде окрашенного соединения йодистого меркураммония или окрашенного индофенольного соединения, образующегося при взаимодействии аммония с гипохлоритом натрия и салициловокислым натрием.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли аммиачного азота испытания проводят по методу с образованием окрашенного индофенольного соединения.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27894.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАЧНОГО АЗОТА С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

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

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор концентрации $c(HCl)=0,1$ моль/дм^3 (0,1 н).

Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль) по ГОСТ 5845, перекристаллизованный.

Реактив Несслера по ТУ 6—09—2089 или приготовленный по ГОСТ 4517.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 100—105 °С.

Основной образцовый раствор А хлористого аммония.

Рабочий образцовый раствор Б хлористого аммония.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление раствора соляной кислоты концентрации $c(HCl)=0,1$ моль/дм^3 (0,1 н)*

8,2 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 (или 9,1 см^3 плотностью 1,17 г/см^3) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую 500—600 см^3 дистиллированной воды, и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

2.2.2. *Приготовление раствора сегнетовой соли ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) с массовой долей 50 %.*

(500,0±0,1) г сегнетовой соли растворяют в 500 см^3 дистиллированой воды. Приготовленный раствор с помощью реактива Несслера необходимо проверить на содержание иона аммония. При наличии его в раствор добавляют небольшое количество КОН или NaOH до щелочной реакции. Затем раствор кипятят до начала образования на стенках стакана корки солей, разбавляют дистиллированной водой до прежнего объема и повторяют пробу на аммиак с реактивом Несслера.

В случае, если раствор сегнетовой соли получается желтоватой окраски, следует приготовить реактив из перекристаллизованной соли. Для этого нужно приготовить насыщенный раствор соли в горячей воде, температурой до 70—80 °С (избытка воды следует избегать). Раствор фильтруют в фарфоровую чашку диаметром 260—280 мм, упаривают на водяной бане до выпадения кристаллов, оставляют на 18—20 ч. Затем выпавшие кристаллы фильтруют с применением водоструйного насоса, один раз промывают

дистиллированной водой и сушат между листами фильтровальной бумаги.

2.2.3. *Приготовление основного образцового раствора А хлористого аммония (NH_4Cl) массовой концентрации 0,1 мг/см³*

Навеску массой 0,3821 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. В 1 см³ раствора А содержится 0,1 мг азота.

2.2.4. *Приготовление рабочего образцового раствора Б хлористого аммония массовой концентрации 0,01 мг/см³*

Раствор Б хлористого аммония получают путем разбавления основного раствора А, полученного по п. 2.2.3, дистиллированной водой в 10 раз (в мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 20 см³ раствора А и доводят объем раствора до метки водой). Раствор Б применяют для приготовления шкалы образцовых растворов.

В 1 см³ раствора Б содержится 0,01 мг азота.

2.2.5. *Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из раствора Б готовят серию эталонных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ наливают из бюретки объем раствора Б, указанный в табл. 1, доливают дистиллированной водой до половины объема, прибавляют 2 см³ раствора сегнетовой соли с массовой долей 50 %, 2 см³ реактива Несслера и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждого реактива. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 400—425 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм, используя в качестве эталона сравнения кювету с контрольным раствором. Контрольный раствор содержит все реактивы, кроме образцового раствора или анализируемой вытяжки и проходит все стадии анализа.

На основании показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс значения массы

Таблица 1

Номер колбы эталонного раствора	Объем раствора Б, см³	Масса аммиачного азота в эталонном растворе, мг
1	0,5	0,005
2	1,0	0,010
3	2,0	0,020
4	4,0	0,040
5	8,0	0,080
6	12,0	0,120
7	16,0	0,160
8	20,0	0,200

аммиачного азота в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. *Проведение испытания при определении аммиачного азота в торфоминеральноаммиачных и торфоаммиачных удобрениях*

Навеску массой (5,00±0,01) г торфоминеральноаммиачных и торфоаммиачных удобрений переносят в колбу вместимостью 750 см³ и приливают 500 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³, перемешивают и настаивают 18—20 ч. Затем суспензию переносят на бумажный фильтр и фильтруют. Пипеткой отбирают 2—5 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу на 50 см³, добавляют дистиллированную воду до половины объема, прибавляют 2 см³ раствора сегнетовой соли с массовой долей 50%, 2 см³ реактива Несслера и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждого реактива. Через 5—10 мин определяют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре так же, как при построении градуировочного графика (п. 2.2.5).

По градуировочному графику находят массовую долю аммиачного азота в анализируемой пробе, соответствующую отсчету на фотоэлектроколориметре.

При получении интенсивно окрашенных растворов необходимо определение аммония повторить, предварительно разбавив испытуемый раствор (фильтрат) в 5—10 раз дистиллированной водой. При проведении расчетов следует внести соответствующую поправку на разбавление.

2.3.2. *Проведение испытания при определении аммиачного азота в формованной прессованной и гранулированной торфяной продукции*

Навеску массой (5,00±0,01) г торфяной продукции переносят в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 250 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³, перемешивают и настаивают 18—20 ч. Суспензию фильтруют, отбирают пипеткой 2—5 см³ фильтрата и переносят в мерную колбу на 50 см³. Затем добавляют дистиллированную воду до половины объема, 2 см³ раствора сегнетовой соли, 2 см³ реактива Несслера и дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждого реактива. Через 5—10 мин определяют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре так же, как при построении градуировочного графика по п. 2.2.5.

2.3.3. *Проведение испытания при определении водорастворимого аммиака в торфяных грунтах, питательных смесях, субстратах и микропарниках.*

Навеску массой (5,00±0,01) г торфяной продукции переносят в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 250 см³ дистиллиро-

ванной воды, добавляют 3—4 капли толуола, перемешивают и настаивают 18—20 ч. Суспензию фильтруют, отбирают пипеткой 2—5 см³ фильтрата и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Дальнейший ход испытаний проводят по п. 2.3.1.

2.3.4. *Проведение испытания при определении аммиачного азота в торфяной продукции, содержащей в качестве азотного компонента карбамид (мочевину)*

Навеску массой (5,00±0,01) г переносят в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 250 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³, перемешивают и ставят на 40—45 мин на водяную баню, температура воды в которой должна быть 75—80 °С. После охлаждения до комнатной температуры содержимое колб фильтруют, отбирают пипеткой 2—5 см³ фильтрата и переносят в мерную колбу на 50 см³.

Дальнейший ход испытаний проводят по п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массу аммиачного азота (X) в миллиграммах на 100 г торфа и торфяной продукции при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X=\frac{m\cdot V\cdot K'\cdot 100}{V_1\cdot m_1}\ ,$$

где m — масса аммиачного азота, соответствующая на градуировочном графике отсчету на фотоэлектроколориметре, мг;

V — общий объем фильтрата, см³;

V_1 — объем фильтрата, взятый для определения, см³;

K' — поправка на разбавление фильтрата;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Массу аммиачного азота (X_1) в миллиграммах на 100 г сухого вещества вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{X\cdot 100}{100-W}\ ,$$

где W — массовая доля влаги в торфе или торфяной продукции, %.

2.4.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

2.4.4. Массовую долю аммиачного азота (X_2) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{X_1}{1000}\ .$$

мг

Таблица 2

Масса аммиачного азота	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
До 100	10	20
От 100 » 500	15	30
» 500 » 1000	25	50
Св 1000	50	75

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАЧНОГО АЗОТА С ОБРАЗОВАНИЕМ ОКРАШЕННОГО ИНДОФЕНОЛЬНОГО СОЕДИНЕНИЯ

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

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

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

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 100—105 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Натрий салициловокислый, ч.

Натрий нитропруссидный по ТУ 6—09—4224.

Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль), перекристаллизованный по ГОСТ 5845.

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

Известь хлорная по ГОСТ 1692.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор концентрации $c(HCl) = 1$ моль/дм^3 (1 н).

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий серноватистокислый тиосульфат по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($1/2\ Na_2S_2O_3 \cdot 5\ H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3 (0,1 н).

Образцовый раствор А аммония хлористого.

Основной окрашивающий раствор

Рабочий окрашивающий раствор.

Основной раствор гипохлорита натрия.

Раствор гипохлорита натрия с массовой долей 0,125 %.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление раствора соляной кислоты концентрации $c(HCl) = 1$ моль/дм^3 (1 н).*

82 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 (или 91 см^3 плотностью 1,17 г/см^3) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3,

содержащую 500—600 см³ дистиллированной воды, перемешивают и доводят объем дистиллированной водой до метки.

3.2.2. *Приготовление раствора тиосульфата натрия (натрия серноватистокислого пятиводного ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), концентрации $c(^1/_2 Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н)*

Раствор готовят из стандарт-титра (фиксанала) тиосульфата натрия. Для этого содержимое одной ампулы стандарт-титра переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

3.2.3. *Приготовление основного раствора гипохлорита натрия ($NaClO$)*

В стакан вместимостью 500 см³ помещают (150,0±0,1) г хлорной извести и добавляют 250 см³ дистиллированной воды. В другом стакане в 250 см³ дистиллированной воды растворяют (105,0±±0,1) г углекислого натрия (Na_2CO_3). Затем оба раствора сливают при постоянном помешивании. Полученную суспензию отстаивают двое суток. Прозрачную жидкость над осадком сливают, фильтруют и используют для работы.

Полученный раствор содержит массовую долю активного хлора от 6 до 10 % и может храниться в течение года в склянке из темного стекла в холодильнике при температуре от 5 до 10 °С.

Для определения точного содержания активного хлора 1 см³ раствора гипохлорита натрия переносят в колбу вместимостью 100 см³, добавляют 40—50 см³ дистиллированной воды, прибавляяют 2 г йодистого калия и 10 см³ раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ (1 н). Образовавшийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н) до исчезновения вишневой окраски.

Массовую долю хлора в процентах (X_3) в 100 см³ раствора гипохлорита натрия рассчитывают по формуле

$$X_3 = V \cdot 0{,}00355 \cdot 100, \qquad (1)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н), см³;

0,00355 — коэффициент перевода в г хлора (1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ соответствует 0,00355 г хлора)

Пример расчета приведен в приложении.

3.2.4. *Приготовление рабочего раствора гипохлорита натрия с массовой долей 0,125 %.*

Готовят в день проведения испытаний разбавлением основного раствора. Объем основного раствора гипохлорита натрия в см³, необходимый для приготовления определенного объема, например,

100 см³ рабочего раствора с массовой долей 0,125 %, вычисляют по формуле

$$V = \frac{0{,}125 \cdot 100}{X_{Cl}}, \qquad (2)$$

где 0,125 — требуемая массовая доля хлора в рабочем растворе гипохлорита натрия, %;

100 — объем рабочего раствора гипохлорита с массовой долей 0,125 %;

X_{Cl} — массовая доля хлора в основном растворе гипохлорита натрия в %, установленная по хлору по формуле (1).

Объем основного раствора, вычисленный по формуле (2), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

3.2.5. *Приготовление основного окрашивающего раствора*

Навески массой (56,7±0,1) г натрия салицилового кислого, (16,7±0,1) г сегнетовой соли (калия-натрия виннокислого) и (26,7±0,1) г натрия гидроксида растворяют в 700 см³ дистиллированной воды и кипятят полученный раствор в течение 20 мин для устранения загрязнения аммиаком. После охлаждения раствора в нем растворяют (0,4±0,1) г нитропруссидного натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до метки водой.

Раствор хранят в темной склянке в течение месяца в холодильнике при температуре от 5 до 10 °С.

3.2.6. *Приготовление рабочего окрашивающего раствора*

В день проведения испытания 111 см³ основного окрашивающего раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приливают дистиллированную воду до половины объема, прибавляют 2 г трилона Б и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

3.2.7. *Приготовление основного образцового раствора А хлористого аммония (NH_4Cl) массовой концентрации 0,1 мг/см³*

Навеску массой (0,3819±0,0002) г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят дистиллированной водой до метки. В 1 см³ раствора А содержится 0,1 мг азота.

3.2.8. *Приготовление шкалы рабочих образцовых растворов (Б) и построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 250 см³ из бюретки последовательно наливают объем раствора А хлористого аммония, указанный в табл. 3, и объем доводят до метки дистиллированной водой.

В день проведения испытания из шкалы рабочих образцовых растворов отбирают по 2,5 см³ в мерные колбы вместимостью 50 см³, прибавляют 45 см³ рабочего окрашивающего раствора и

2,5 см³ рабочего раствора гипохлорита натрия с массовой долей 0,125 %, перемешивая содержимое колб после добавления каждого реактива. Через 1 ч измеряют оптическую плотность окрашенных растворов относительно контрольного раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 630—660 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм.

Контрольный раствор содержит все реактивы, кроме образцового или анализируемой вытяжки, и проходит все стадии анализа.

На основании показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 3, откладывая по оси абсцисс значения массы аммиачного азота в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие ей значения оптической плотности.

Таблица 3

Номер колбы эталонного раствора	Объем раствора А, см³	Масса аммиачного азота в 1 см³ раствора Б, мг	Объем раствора Б, см³	Масса аммиачного азота в эталонном растворе, мг
1	5	0,002	2,5	0,005
2	10	0,004	2,5	0,010
3	20	0,008	2,5	0,020
4	40	0,016	2,5	0,040
5	80	0,032	2,5	0,080
6	120	0,048	2,5	0,120
7	160	0,064	2,5	0,160
8	200	0,080	2,5	0,200

3.3. Проведение испытания

Используют солянокислый фильтрат, полученный по пп. 2.3.1, 2.3.2 и 2.3.4, или водный фильтрат, полученный по п. 2.3.3.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают пипеткой 2,5 см³ фильтрата, прибавляют 45 см³ рабочего окрашивающего раствора и 2,5 см³ рабочего раствора гипохлорита натрия с массовой долей 0,125 %, перемешивая после добавления каждого реактива, и оставляют на 1 ч для развития окраски. Через 1 ч измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром при длине волны 630—660 нм, используя кюветы толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм относительно контрольного раствора с добавлением всех реактивов.

3.4. Обработка результатов

Обработку результатов производят в соответствии с п. 2.4

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Пример расчета массовой доли хлора в процентах в основном растворе гипохлорита натрия

На 1 см³ раствора гипохлорита натрия затрачено при титровании 22,9 см³ раствора тиосульфата натрия. Массовая доля хлора в % в основном растворе гипохлорита натрия составит

$$X_2 = 0{,}00355 \cdot 22{,}9 \cdot 100 = 8{,}13\ \%$$

Пример расчета объема основного раствора

Для получения 100 см³ рабочего раствора гипохлорита натрия с массовой долей 0,125 % из основного раствора, имеющего концентрацию по хлору 8,13 %, необходимо взять 1,54 см³

$$V = \frac{0{,}125 \cdot 100}{8{,}13} = 1{,}54\ \text{см}^3$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством топливной промышленности РСФСР**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Кузнецова, канд. биол. наук (руководитель разработки); **Б. П. Морозов** (руководитель темы); **В. Н. Булганина**, канд. техн. наук; **А. А. Веденина**, канд. с.-х. наук; **Г. П. Симонова**, канд. биол. наук; **И. А. Карлина**; **Л. И. Розанова**; **В. М. Петрович** (руководитель разработки); **Т. В. Агеева**; **О. А. Краснова**; **Н. К. Шорох**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.11.88 № 3771**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 1692—58	3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 3773—72	2.1, 3.1
ГОСТ 4232—74	3.1
ГОСТ 4328—77	3.1
ГОСТ 4517—75	2.1
ГОСТ 5845—79	2.1, 3.1
ГОСТ 6709—72	3.1
ГОСТ 10652—73	3.1
ГОСТ 12083—78	2.1 3.1
ГОСТ 24104—80	2.1, 3.1
ГОСТ 27068—86	3.1
ГОСТ 27894.0—88	1
ТУ 6—09—2089—77	2.1
ТУ 6—09—4224—76	3.1