



АВТОРСЬКИЙ ПРИМІРНИК
ДП "УкрНДНЦ"
Лист (затверджений) від 29.07.2016 р.
№ 911

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЯКІСТЬ ГРУНТУ

**Визначення легкогідролізного азоту
методом Корнфілда**

ДСТУ 7863:2015

Видання офіційне



Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Грунтознавство» (ТК 142), Національний науковий центр «Інститут грунтознавства та агрохімії імені О. Н. Соколовського»

РОЗРОБНИКИ: **В. Максимова; Б. Носко**, д-р с.-г. наук; **А. Христенко**, канд. с.-г. наук (науковий керівник);
Т. Юнакова

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–07–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей національний стандарт належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2016

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Суть методу	2
4 Устатковання та посуд	2
5 Реактиви	3
6 Вимоги щодо безпеки	3
7 Відбирання проб	3
8 Готування до аналізування	3
9 Аналізування	4
10 Обробляння результатів	4
11 Точність методу	5

ДСТУ 7863:2015

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЯКІСТЬ ГРУНТУ

**Визначення легкогідролізного азоту
методом Корнфілда**

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

**Определение легкогидролизуемого азота
методом Корнфилда**

SOIL QUALITY

**Determination of available hydrolyzable nitrogen
by Kornfild method**

Чинний від 2016-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює метод визначення легкогідролізного азоту ґрунту.

Стандарт поширюється на всі ґрунти природного та порушеного складу.

Стандарт застосовують під час проведення моніторингу родючості ґрунтів, агрохімічної паспортизації земель сільськогосподарської призначеності та інших обстежувальних, пошукових і дослідницьких робіт.

Вимоги щодо уabezпечення роботи під час визначення легкогідролізного азоту методом Корнфілда наведено в розділі 6.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4287:2004 Якість ґрунту. Відбирання проб

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 Система стандартів безпеки праці. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ EN 133:2005 Засоби індивідуального захисту органів дихання. Класифікація (EN 133:2001, IDT)

ДСТУ ISO 10381-2:2004 Якість ґрунту. Відбирання проб. Частина 2. Настанови з методів відбирання проб (ISO 10381-2:2002, IDT)

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація та загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 17.4.4.02–83 Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа (Охорона природи. Ґрунти. Метод відбирання та готовання проб для хімічного, бактеріологічного, гельмінтологочного аналізування)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия (Реактиви. Натрію гідроксид. Технічні умови)

ГОСТ 4919.1–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов (Реактиви та особливо чисті речовини. Методи готовування розчинів індикаторів)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода дистильована. Технічні умови)

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия (Посуд та устатковання лабораторні фарфорові. Технічні умови)

ГОСТ 9656–75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия (Реактиви. Кислота борна. Технічні умови)

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия (Спирт етиловий ректифікований технічний. Технічні умови)

ГОСТ 28268–89 Почвы. Методы определения влажности, максимальной гигроскопической влажности и влажности устойчивого завядания растений (Грунти. Методи визначення вологості, максимальної гігроскопічної вологості та вологості стійкого в'янення рослин)

ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой (Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією позначкою)

ГОСТ 29251–91 (ИСО 385-1–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюretki. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Бюretki. Частина 1. Загальні вимоги)

ГОСТ 29269–91 Почвы. Общие требования к проведению анализов (Грунти. Загальні вимоги до проведення аналізування).

3 СУТЬ МЕТОДУ

Метод базується на гідролізі органічних сполук ґрунту розчином лугу молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ у термостаті за температури $(28 \pm 5)^\circ\text{C}$ у чашці Конвея з пришліфованою кришкою.

Внаслідок гідролізу азот обмінного амонію, вільного та ввібраниого аміаку, амідів, частково моноамінокислот, аміносахарів (глюкозоамінів, галактозоамінів) і деяких інших сполук виділяється з ґрунту у вигляді NH_3 , який завдяки дифузії потрапляє у внутрішнє відділення чашки і поглинається розчином борної кислоти.

Після закінчення гідролізу аміак кількісно визначають титруванням розчином сірчаної кислоти молярної концентрації $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$.

4 УСТАТКОВАННЯ ТА ПОСУД

4.1 Устатковання

4.1.1 Чашки Конвея

4.1.2 Ваги лабораторні 2-го класу точності з найбільшим порогом зважування 200 г і 4-го класу точності з найбільшим порогом зважування 500 г — згідно з чинним нормативним документом.

4.1.3 Термостат, що забезпечує підтримування заданого температурного режиму $(28 \pm 5)^\circ\text{C}$.

4.1.4 Шафа сушильна, що забезпечує підтримування заданого температурного режиму від 40°C до 150°C з похибкою $\pm 5^\circ\text{C}$.

4.1.5 Млин лабораторний

4.2 Посуд

4.2.1 Піпетки місткістю 100 см^3 — згідно з ГОСТ 29169.

4.2.2 Бюretki місткістю 100 см^3 — згідно з ГОСТ 29251.

4.2.3 Мікробюretka (Бюretka 6—2—1) — згідно з ГОСТ 29251.

4.2.4 Колби мірні місткістю 50 см^3 ; 100 см^3 і 1 дм^3 — згідно з ГОСТ 1770.

4.2.5 Стакани місткістю 1 дм^3 і крапельниці — згідно з ГОСТ 25336.

4.2.6 Сита з діаметром отворів 1 мм — згідно з чинним нормативним документом.

4.2.7 Ступки й товкачки фарфорові — згідно з ГОСТ 9147.

5 РЕАКТИВИ

5.1 Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$.

5.2 Кислота борна — згідно з ГОСТ 9656, хімічно чистий розчин з масовою часткою борної кислоти 2 %.

5.3 Кислота сірчана, стандарт-титр — згідно з чинним нормативним документом, розчин молярної концентрації $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

5.4 Метиловий червоний — згідно з чинним нормативним документом, спиртовий розчин з масовою часткою метилового червоного 0,4 %.

5.5 Метиленовий блакитний — згідно з чинним нормативним документом, спиртовий розчин з масовою часткою метиленового блакитного 0,2 %.

5.6 Спирт етиловий ректифікований технічний — згідно з ГОСТ 18300, вищого ґатунку.

5.7 Вазелін — згідно з чинним нормативним документом.

5.7 Вода дистилььована — згідно з ГОСТ 6709.

6 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

6.1 Під час виконання вимірювань треба дотримуватися вимог щодо безпеки згідно з ГОСТ 12.1.007 і санітарно-гігієнічних вимог — згідно з ГОСТ 12.1.005.

6.2 Операції, пов'язані з приготуванням розчинів кислот і лугів, і готовання проб потрібно проводити в приміщеннях, обладнаних загальнообмінною вентиляцією. Джерела виділення шкідливих хімічних речовин та пилу мають бути обладнані місцевою вентиляцією згідно з ДСТУ Б А.3.2-12.

6.3 Границю допустимі концентрації шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинні перевищувати нормативів, установлених Міністерством охорони здоров'я згідно з ГОСТ 12.1.005.

6.4 Особи, які виконують вимірювання, повинні бути забезпечені спецодягом та засобами індивідуального захисту згідно з ДСТУ ЕН 133 і чинними нормативними документами.

6.6 До виконання вимірювань допускають осіб, які пройшли інструктаж з правил безпеки та роботи в хімічних лабораторіях, поінформовані про ступінь токсичності застосовуваних речовин і засоби захисту від їхнього впливу.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирають пробы для аналізування згідно з ДСТУ 4287, ГОСТ 17.4.4.02 та ДСТУ ISO 10381-2.

8 ГОТУВАННЯ ДО АНАЛІЗУВАННЯ

8.1 Готування ґрунту до аналізування

Проби ґрунтів потрібно зберігати в приміщенні, вільному від парів аміаку. Ґрунт, який надходить для аналізування, висушують до повітряно-сухого стану, подрібнюють у фарфоровій ступці або за допомогою лабораторного млина, вибирають видимі оком корені, пропускають через сито з діаметром отворів 1 мм, добре перемішують і розподіляють на рівній поверхні шаром не більше ніж 1 см. Аналітичний зразок масою 15 г відбирають ложкою або шпателем на всю глибину шару не менше ніж з п'яти різних місць, рівномірно розташованих на площині. Часточки, що залишилися на ситі, подрібнюють і знову пропускають через сито.

Для перерахування маси повітряно-сухого ґрунту в масу абсолютно сухого ґрунту з аналітичного зразка беруть дві наважки ґрунту для визначення гігроскопічної вологості згідно з ГОСТ 28268.

8.2 Готування розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$

Розчиняють $(40,0 \pm 0,1)$ г гідроксиду натрію в невеликій кількості дистилььованої води в мірній колбі місткістю 1 дм³ і після охолодження об'єм розчину доводять дистилььованою водою до позначки.

Розчин зберігають один місяць.

8.3 Готування розчину сірчаної кислоти молярної концентрації $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$

Вміст ампули стандарт-титру сірчаної кислоти молярної концентрації $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ розчиняють у дистильованій воді в мірній колбі місткістю 1 дм^3 , доводять об'єм дистильованою водою до позначки і ретельно перемішують. З приготованого розчину відбирають піпеткою місткістю 100 см^3 два об'єми по 100 см^3 , переносять у мірну колбу місткістю 1 дм^3 , доводять об'єм дистильованою водою до позначки і ретельно перемішують.

Зберігають три місяці.

8.4 Готування розчину з масовою часткою борної кислоти 2 %

Розчиняють $(20,0 \pm 0,1) \text{ г}$ борної кислоти за слабкого нагрівання в дистильованій воді в хімічному стакані місткістю 1 дм^3 і після охолодження до кімнатної температури доводять об'єм дистильованою водою до позначки.

Зберігають три місяці.

8.5 Готування змішаного індикатору Гроака

Готують згідно з ГОСТ 4919.1. Змішують одинакові об'єми спиртового розчину з масовою часткою метилового червоного $0,4 \%$ і спиртового розчину з масовою часткою метилового блакитного $0,2 \%$.

Розчин зберігають у темній склянці з притертвою пробкою один рік.

9 АНАЛІЗУВАННЯ

9.1 Підготовка до гідролізу ґрунту

Наважку ґрунту масою $(2,0 \pm 0,01) \text{ г}$ вміщують у периферійну частину чашки Конвея. У внутрішню частину чашки наливають з бюретки 2 см^3 розчину борної кислоти, приготованої відповідно до 8.4 і добавляють з крапельниці дві краплі індикатору Гроака, приготованого відповідно до 8.5. Після цього в зовнішню частину чашки наливають з бюретки, не допускаючи змочування ґрунту, 5 см^3 розчину гідроксиду натрію, приготованого відповідно до 8.2. Для цього чашку треба тримати злегка нахиленою до перегородки. Не змінюючи положення, чашку, вінця якої змащені вазеліном, накривають кришкою. Для змішування ґрунту з розчином гідроксиду натрію чашку обертають обережними круговими рухами протягом 1 хв. Потім чашку ставлять у термостат, нагрітий до температури 28°C , і витримують за цієї температури 48 год.

Одночасно проводять контрольне аналізування на чистоту реактивів.

9.2 Визначення азоту

Після закінчення терміну гідролізу чашку виймають із термостата, знімають кришку і відтитровують аміак, який поглинувся борною кислотою. Титують із мікробюретки розчином сірчаної кислоти, приготованої відповідно до 8.3, до зміни зеленого забарвлення на червоно-фіолетове.

10 ОБРОБЛЯННЯ РЕЗУЛЬТАТИВ

10.1 Розрахування масової частки азоту на повітряно-сухий ґрунт

Масову частку азоту (ω_N) у міліграмах на кілограм повітряно-сухого ґрунту обчислюють за формулою:

$$\omega_N = \frac{V \cdot 0,28 \cdot 1000}{m}, \quad (1)$$

де V — об'єм сірчаної кислоти, витраченої на титрування, см^3 ;

$0,28$ — коефіцієнт для перерахування об'єму кислоти, витраченої на титрування, у кубічних сантиметрах на масу азоту, мг ;

1000 — коефіцієнт для перерахування на кілограм ґрунту;

m — маса наважки ґрунту, г .

З отриманої величини масової частки азоту в ґрунті віднімають величину масової частки азоту, визначену в контрольному аналізуванні на чистоту реактивів.

10.2 Розрахування масової частки азоту на сухий ґрунт

Масову частку азоту в міліграмах на кілограм сухого ґрунту ω_{N_1} обчислюють за формулою:

$$\omega_{N_1} = \omega_N \cdot K, \quad (2)$$

де ω_N — масова частка азоту в повітряно-сухому ґрунті, мг/кг ;

K — коефіцієнт гігроскопічної вологості.

Коефіцієнт гігроскопічної вологості (K) обчислюють за формулою:

$$K = \frac{100}{100 - \omega_r}, \quad (3)$$

де 100 — коефіцієнт перерахунку у відсотки;
 ω_r — масова частка гігроскопічної вологості в ґрунті, %.

11 ТОЧНІСТЬ МЕТОДУ

Стандарт забезпечує виконання вимірювань масової частки азоту в ґрунтах з відносною похибкою, значення якої за довірчої імовірності $P = 0,95$ для результату, середнього з двох паралельних вимірювань, подано в таблиці 1.

Таблиця 1 — Відносна похибка вимірювання масової частки легкогідролізного азоту

Похибка, %	Масова частка азоту, мг/кг
± 15	Від 10 до 80,0
± 10	Понад 80,0

Код УКНД 13.080.10

Ключові слова: аналізування, гідроліз, ґрунти, легкогідролізний азот, якість ґрунту.

**Редактор I. Д'ячкова
Верстальник Т. Неділько**

Підписано до друку 13.06.2016. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. 1056 Ціна договірна.

Виконавець

Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,
виготовників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647