

ГРУНТЫ ТЕПЛИЧНЫЕ

Методы определения нитратного азота

Greenhouse grounds.
Methods for determination
of nitrate nitrogen**ГОСТ**
27753.7—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 и ионометрический методы определения нитратного азота в водной вытяжке с целью оценки обеспеченности растений нитратным азотом.

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

для фотометрического метода:

48 % — в диапазоне концентраций нитратного азота до 100 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 200 млн^{-1} (мг/кг) — для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

25 % — свыше 100 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 200 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

для ионометрического метода:

20 % — в диапазоне концентраций нитратного азота до 100 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 200 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

16 % — свыше 100 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 200 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

Общие требования к выполнению анализов — по ГОСТ 27753.0.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

36



1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Метод отбора проб — по ГОСТ 27753.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТНОГО АЗОТА

Сущность метода заключается в восстановлении нитратов до нитритов гидразином в присутствии меди в качестве катализатора и фотометрическом определении их в виде окрашенного диазосоединения.

2.1. Аппаратура и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Дозаторы или пипетки и бюретки для отмеривания 1; 30 и 10 см³ раствора, исполнение I по ГОСТ 20292.

Бюретка вместимостью 10 см³ по ГОСТ 20292.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Емкости технологические или колбы конические вместимостью не менее 100 см³ по ГОСТ 25336.

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.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Гидразин серноокислый по ГОСТ 5841.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Медь (II) серноокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Натрий фосфорнокислый пиро 10-водный по ГОСТ 342.

1-нафтиламин по ГОСТ 8827 или N-этил-1-нафтиламин гидрохлорид или N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорид.

Сульфаниламид, белый стрептоцид (препарат с маркой «растворимый в воде» непригоден для анализа).

Соль динатриевая этилендиамин-N-N-N¹-N¹-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Приготовление раствора катализатора (2,50±0,01) г 5-водной серноокислой меди помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

2.2.2. Приготовление запасного восстанавливающего раствора

($13,7 \pm 0,1$) г сернокислого гидразина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 3 мес.

2.2.3. Приготовление рабочего восстанавливающего раствора

6 см^3 раствора катализатора и 400 см^3 запасного восстанавливающего раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

2.2.4. Приготовление запасного окрашивающего раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают примерно 500 см^3 воды, приливают 100 см^3 ортофосфорной кислоты, добавляют ($5,00 \pm 0,01$) г сульфаниламида и ($1,00 \pm 0,01$) г реактива нафтиламинной группы. Колбу встряхивают до полного растворения реактивов, а затем доводят объем раствора до метки водой.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 3 мес.

2.2.5. Приготовление рабочего окрашивающего раствора

Запасной окрашивающий раствор разбавляют водой в соотношении 1:5 и растворяют в нем трилон Б из расчета $0,2 \text{ г}$ на 1000 см^3 раствора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

2.2.6. Приготовление щелочного раствора, содержащего натрий фосфорнокислый пиро и хлористый калий

($4,00 \pm 0,01$) г гидроксида натрия, ($8,40 \pm 0,01$) г натрия фосфорнокислого пиро и ($38,0 \pm 0,1$) г хлористого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 3 мес.

2.2.7. Приготовление растворов сравнения

2.2.7.1. Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией нитратного азота 1 г/дм^3

($7,220 \pm 0,001$) г азотнокислого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 105°C , помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки.

Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

2.2.7.2. Приготовление серии растворов сравнения

Серию растворов сравнения готовят по ГОСТ 27753.0. Объемы исходного раствора, необходимые для приготовления серии растворов сравнения, указаны в табл. 1.

Таблица 1

| Характеристика раствора | Номер раствора сравнения | | | | | | | |
|---|--------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Объем исходного раствора, см ³ | 0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 3,0 | 4,0 | 5,0 |
| Массовая концентрация нитратного азота в растворе сравнения, г/дм ³ | 0 | 0,005 | 0,010 | 0,015 | 0,020 | 0,030 | 0,040 | 0,050 |
| В пересчете в массовую долю нитратного азота в грунте, млн ⁻¹ (мг/кг): | | | | | | | | |
| при отношении грунта и воды 1:5 | 0 | 25 | 50 | 75 | 100 | 150 | 200 | 250 |
| при отношении грунта и воды 1:10 | 0 | 50 | 100 | 150 | 200 | 300 | 400 | 500 |

Растворы сравнения хранят не более 1 мес.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

2.3.2. Определение нитратного азота

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 1 см³ растворов сравнения и вытяжек. К пробам приливают по 10 см³ щелочного раствора, содержащего натрий фосфорнокислый пиро и хлористый калий. Затем приливают по 10 см³ рабочего восстанавливающего раствора. Через 10 мин приливают по 30 см³ рабочего окрашивающего раствора. Окрашенные растворы фотометрируют не ранее, чем через 15 мин и не позднее, чем через 1,5 ч после прибавления рабочего окрашивающего раствора. Фотометрирование проводят относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 545 нм или используя красный светофильтр с максимумом пропускания в области 510—560 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0.

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

2.4.2. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P=0,95$ результатов двух повторных анализов от

их среднего арифметического при выборочном контроле составляют:

34 % — в диапазоне концентраций нитратного азота до 100 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 200 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

18 % — свыше 100 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 200 млн^{-1} (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

3. ИОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТНОГО АЗОТА

Сущность метода заключается в измерении разности потенциалов нитратного ионоселективного электрода и электрода сравнения, значение которой зависит от концентрации ионов нитрата в растворе. В качестве электрода сравнения используют насыщенный хлорсеребряный электрод.

3.1. Аппаратура и реактивы

Иономер, рН-метр милливольтметр или аналогичный прибор с погрешностью измерений не более 5 мВ.

Ионоселективный нитратный электрод типа ЭИМ-11, ЭМ- NO_3 -01 или аналогичный, имеющий такие же метрологические характеристики.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792 или аналогичный электрод, имеющий такие же метрологические характеристики.

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

Стаканы химические вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. Приготовление растворов сравнения

3.2.1.1. Приготовление исходного раствора молярной концентрации $c(\text{KNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($\rho_{\text{CNO}_3} = 1$).

$(10,11 \pm 0,01)$ г азотнокислого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 105°C , помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

3.2.1.2. Приготовление серии растворов сравнения

Серию растворов сравнения готовят по ГОСТ 27753.0.

Растворы готовят в день проведения анализа.

3.2.2. Приготовление приэлектродного раство-

ра

($10,11 \pm 0,01$) г азотнокислого калия и ($0,37 \pm 0,01$) г хлористого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем раствора до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

3.2.3. Подготовка электродов к работе

Нитратный ионоселективный электрод и электрод сравнения готовят к работе в соответствии с инструкциями заводов-изготовителей.

Проверка крутизны характеристики нитратного ионоселективного электрода должна проводиться в соответствии с техническим описанием и инструкцией по технике эксплуатации электрода.

В перерывах между работой нитратный ионоселективный электрод хранят в растворе азотнокислого калия молярной концентрации $c(\text{KNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, а электрод сравнения — в воде.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Приготовление водной вытяжки из грунтов

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 27753.2.

3.3.2. Определение нитратного азота

В химические стаканы отливают по 15—20 см³ растворов сравнения и анализируемых вытяжек. При непосредственном измерении pC_{NO_3} прибор градуируют по растворам сравнения с pC_{NO_3} равными 4 и 2, используя для контроля раствор сравнения с pC_{NO_3} равное 3. При этом отклонение от номинального значения величины pC_{NO_3} контрольного раствора сравнения не должно превышать 0,05 единиц pC_{NO_3} . При измерении ЭДС в милливольты электродную пару погружают в растворы сравнения, начиная с меньшей концентрации и измеряют ЭДС. После градуировки прибора электроды тщательно промывают водой, промокают фильтровальной бумагой и приступают к измерению pC_{NO_3} или ЭДС в анализируемых вытяжках.

Показания прибора считывают не ранее чем через 1 мин. Температура растворов сравнения и анализируемых вытяжек должна быть одинаковой.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. При непосредственном измерении pC_{NO_3} массовую долю нитратного азота в грунте определяют при помощи табл. 2 и 3 по величине pC_{NO_3} .

3.4.2. При измерении в милливольты по результатам измерения ЭДС в растворах сравнения строят градуировочный график. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 27753.0. Градуировочный график имеет линейную зависимость в диапазоне от 1 до 4 единиц pC_{NO_3} .

Пересчет $\rho_{C_{NO_3}}$ в массовую долю нитратного азота в грунте,
млн⁻¹ (мг/кг), при отношении грунта и воды 1:5

| $\rho_{C_{NO_3}}$ | Сотые доли $\rho_{C_{NO_3}}$ | | | | | | | | | |
|-------------------|------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 0,00 | 0,01 | 0,02 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,06 | 0,07 | 0,08 | 0,09 |
| 2,0 | 706 | 690 | 674 | 659 | 644 | 629 | 615 | 601 | 587 | 574 |
| 2,1 | 561 | 548 | 536 | 524 | 512 | 500 | 489 | 477 | 467 | 456 |
| 2,2 | 446 | 435 | 426 | 416 | 406 | 397 | 388 | 379 | 371 | 362 |
| 2,3 | 354 | 346 | 338 | 330 | 323 | 315 | 308 | 301 | 294 | 288 |
| 2,4 | 281 | 275 | 269 | 262 | 256 | 251 | 245 | 239 | 234 | 229 |
| 2,5 | 223 | 218 | 213 | 208 | 204 | 199 | 195 | 190 | 186 | 182 |
| 2,6 | 177 | 173 | 169 | 166 | 162 | 158 | 155 | 151 | 148 | 144 |
| 2,7 | 141 | 138 | 135 | 132 | 129 | 126 | 123 | 120 | 117 | 115 |
| 2,8 | 112 | 109 | 107 | 104 | 102 | 100 | 97 | 95 | 93 | 91 |
| 2,9 | 89 | 87 | 85 | 83 | 81 | 79 | 77 | 76 | 74 | 72 |
| 3,0 | 71 | 69 | 67 | 66 | 64 | 63 | 62 | 60 | 59 | 57 |
| 3,1 | 56 | 55 | 54 | 52 | 51 | 50 | 49 | 48 | 47 | 46 |
| 3,2 | 45 | 44 | 43 | 42 | 41 | 40 | 39 | 38 | 37 | 36 |
| 3,3 | 35 | 35 | 34 | 33 | 32 | 32 | 31 | 30 | 29 | 29 |
| 3,4 | 28 | 27 | 27 | 26 | 26 | 25 | 24 | 24 | 23 | 23 |
| 3,5 | 22 | 22 | 21 | 21 | 20 | 20 | 19 | 19 | 19 | 18 |
| 3,6 | 18 | 17 | 17 | 17 | 16 | 16 | 15 | 15 | 15 | 14 |
| 3,7 | 14 | 14 | 13 | 13 | 13 | 13 | 12 | 12 | 12 | 11 |
| 3,8 | 11 | 11 | 11 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 9 | 9 |
| 3,9 | 9 | 9 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 7 | 7 |

Массовую долю нитратного азота в грунте определяют при помощи табл. 2 и 3 по величине $\rho_{C_{NO_3}}$.

3.4.3. Результат анализа выражают в миллионных долях.

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

14 % — в диапазоне концентраций нитратного азота до 100 млн⁻¹ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и до 200 млн⁻¹ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %;

11 % — в диапазоне концентраций нитратного азота свыше 100 млн⁻¹ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества до 30 % и свыше 200 млн⁻¹ (мг/кг) для грунтов с массовой долей органического вещества свыше 30 %.

Таблица 3

Пересчет $\rho_{C_{NO_3}}$ в массовую долю нитратного азота в грунте,
 млн^{-1} (мг/кг), при отношении грунта и воды 1:10

| $\rho_{C_{NO_3}}$ | Сотые доли $\rho_{C_{NO_3}}$ | | | | | | | | | |
|-------------------|------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | 0,00 | 0,01 | 0,02 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,06 | 0,07 | 0,08 | 0,09 |
| 2,0 | 1413 | 1380 | 1349 | 1318 | 1288 | 1259 | 1230 | 1202 | 1175 | 1148 |
| 2,1 | 1122 | 1096 | 1072 | 1047 | 1023 | 1000 | 977 | 955 | 933 | 912 |
| 2,2 | 891 | 871 | 851 | 832 | 813 | 794 | 776 | 759 | 741 | 724 |
| 2,3 | 708 | 692 | 676 | 661 | 646 | 631 | 617 | 603 | 589 | 575 |
| 2,4 | 562 | 550 | 537 | 525 | 513 | 501 | 490 | 479 | 468 | 457 |
| 2,5 | 447 | 437 | 427 | 417 | 407 | 398 | 389 | 380 | 372 | 363 |
| 2,6 | 355 | 347 | 339 | 331 | 324 | 316 | 309 | 302 | 295 | 288 |
| 2,7 | 282 | 275 | 269 | 263 | 257 | 251 | 245 | 240 | 234 | 229 |
| 2,8 | 224 | 219 | 214 | 209 | 204 | 200 | 195 | 191 | 186 | 182 |
| 2,9 | 178 | 174 | 170 | 166 | 162 | 158 | 155 | 151 | 148 | 145 |
| 3,0 | 141 | 138 | 135 | 132 | 129 | 126 | 123 | 120 | 117 | 115 |
| 3,1 | 112 | 110 | 107 | 105 | 102 | 100 | 98 | 95 | 93 | 91 |
| 3,2 | 89 | 87 | 85 | 83 | 81 | 79 | 78 | 76 | 74 | 72 |
| 3,3 | 71 | 69 | 68 | 66 | 65 | 63 | 62 | 60 | 59 | 58 |
| 3,4 | 56 | 55 | 54 | 52 | 51 | 50 | 49 | 48 | 47 | 46 |
| 3,5 | 45 | 44 | 43 | 42 | 41 | 40 | 39 | 38 | 37 | 36 |
| 3,6 | 35 | 35 | 34 | 33 | 32 | 32 | 31 | 30 | 30 | 29 |
| 3,7 | 28 | 28 | 27 | 26 | 26 | 25 | 25 | 24 | 23 | 23 |
| 3,8 | 22 | 22 | 21 | 21 | 20 | 20 | 19 | 19 | 19 | 18 |
| 3,9 | 18 | 17 | 17 | 17 | 16 | 16 | 15 | 15 | 15 | 14 |

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. При-
жукова, канд. с.-х. наук; М. Н. Арсеньева

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 пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|----------------------------|---|----------------------------|
| ГОСТ 342—77 | 2.1 | ГОСТ 10652—73 | 2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 2.1; 3.1 | ГОСТ 17792—72 | 3.1 |
| ГОСТ 4165—78 | 2.1 | ГОСТ 20292—74 | 2.1 |
| ГОСТ 4217—77 | 2.1; 3.1 | ГОСТ 24104—88 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 4234—77 | 2.1; 3.1 | ГОСТ 25336—82 | 2.1; 3.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2.1 | ГОСТ 27753.0—88 | Вводная часть; |
| ГОСТ 5841—74 | 2.1 | | 2.2.7.2; 2.4.1; |
| ГОСТ 6552—80 | 2.1 | | 3.2.1.2; 3.4.2 |
| ГОСТ 6709—72 | 2.1 | ГОСТ 27753.1—88 | 1 |
| ГОСТ 8827—74 | 2.1 | ГОСТ 27753.2—88 | 2.3.1; 3.3.1 |