26951-86

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ ИОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ГОСТ 26951—86

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Государственным агропромышленным комитетом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Державин, С. Г. Самохвалов, Н. В. Соколова, В. Г. Прижукова, М. Н. Арсеньева, Т. С. Груздева, Г. К. Кондратьева

ВНЕСЕН Всесоюзным производственно-научным объединением по агрохимическому обслуживанию сельского хозяйства Госагропрома СССР

Зам. председателя А. М. Артюшин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 июня 1986 г. № 1950

УДК 631.4 : 546.175.06 : 006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение нитратов ионометрическим методом

Soils. Determination of nitrates by ionometric method

ГОСТ 26951—86

ОКСТУ 0017

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 30 июня 1986 г. № 1950 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на почвы, вскрышные и вмещающие породы и устанавливает метод определения массовой доли нитратов при почвенном, агрохимическом, мелиоративном обследовании угодий, контроле за состоянием почв, а также при проведении других изыскательских и исследовательских работ.

Стандарт не распространяется на анализ проб с массовой долей иона хлорида в 50 раз превышающей массовую долю нитратов.

Сущность метода заключается в извлечении нитратов раствором алюмокалиевых квасцов с массовой долей 1% или раствором сернокислого калия концентрации с $(\frac{1}{2}\ K_2SO_4) = 1$ моль/дм^3 (1 н.) при соотношении массы пробы почвы и объема раствора 1 : 2,5 и последующем определении нитратов в вытяжке с помощью ионоселективного электрода.

Предельные значения суммарной относительной погрешности метода при двусторонней доверительной вероятности $P = 0{,}95$ составляют:

30% — при массовой доле азота нитратов в почве до 10 млн$^{-1}$;

20% — св. 10 млн$^{-1}$.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы почвы анализируют в состоянии естественной влажности, но не более чем через 5 ч после их отбора или доводят до воздушно-сухого состояния путем подсушивания при температуре

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986

до 40°С. Допускается хранение проб в состоянии естественной влажности не более 2 сут при температуре 1—5°С, после чего они должны быть проанализированы или высушены.

1.2. Пробы в воздушно-сухом состоянии измельчают, пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1—2 мм и помещают в коробки или пакеты. Пробу на анализ из коробки отбирают шпателем или ложкой, предварительно перемешав почву на всю глубину коробки. Из пакетов пробу высыпают на ровную поверхность, тщательно перемешивают, распределяют слоем не более 1 см и отбирают не менее чем из пяти точек пробу для анализа массой 20,0 г.

1.3. Пробы в состоянии естественной влажности тщательно перемешивают, распределяют слоем толщиной не более 1 см на ровной поверхности и отбирают не менее чем из десяти точек пробу для анализа массой 20,0 г. Аналогично отбирают для определения влажности пробу массой 5—10 г.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Иономер или pH-метр милливольтметр с погрешностью измерений не более 5 мВ.

Электрод нитратный ионоселективный типа ЭИМ-I, ЭИМ-II, ЭМ-NO_3—01 или электрод, имеющий такие же технические и метрологические характеристики.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792—72 или электрод, имеющий такие же технические и метрологические характеристики.

Мешалка лабораторная электромеханическая или встряхиватель с возвратно-поступательным движением с частотой колебаний не менее 75 $мин^{-1}$.

Термостат с автоматической регулировкой температуры в пределах (105±5)°С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—80.

Весы квадрантные с устройством пропорционального дозирования ВКПД-40 г с погрешностью дозирования не более 2%.

Дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или цилиндры исполнения 1 или 2 вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770—74.

Колбы мерные, исполнения 1 или 2, 2-го класса точности, вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74.

Пипетки и бюретки исполнения 1, 2, 3, 4, 5, 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74.

Стаканы химические, исполнения 1 или 2, вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336—82.

Кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями или колбы конические исполнения 1 или 2, вместимостью 250 см³, по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Квасцы алюмокалиевые, ч. д. а., по ГОСТ 4329—77.

Калий азотнокислый, х. ч., по ГОСТ 4217—77.

Калий хлористый, х. ч., по ГОСТ 4234—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74, ч. д. а., раствор концентрации $c(\frac{1}{2}K_2SO_4)=1$ моль/дм³ (1 н.).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора алюмокалиевых квасцов с массовой долей 1%.

Готовят из расчета 10 г алюмокалиевых квасцов, взвешенных с погрешностью не более 0,1 г на 1000 см³ раствора.

3.2. Приготовление растворов сравнения

3.2.1. *Приготовление раствора концентрации с* $(NO_3^-)=0{,}1$ моль/дм³ ($pC_{NO_3}=1$).

10,11 г азотнокислого калия, высушенного до постоянной массы при температуре (105±5)°С, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в экстрагирующем растворе, доводя объем до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 г. При появлении мути или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

3.2.2. *Приготовление раствора концентрации с* $(NO_3^-)=0{,}01$ моль/дм³ ($pC_{NO_3}=2$).

Готовят 10-кратным разбавлением раствора, приготовленного по п. 3.2.1 экстрагирующим раствором в день проведения анализа.

3.2.3. *Приготовление раствора концентрации с* $(NO_3^-)=0{,}001$ моль/дм³ ($pC_{NO_3}=3$).

Готовят 10-кратным разбавлением раствора, приготовленного по п. 3.2.2 экстрагирующим раствором в день проведения анализа.

3.2.4. *Приготовление раствора концентрации с* $(NO_3^-)=0{,}0001$ моль/дм³ ($pC_{NO_3}=4$).

Готовят 10-кратным разбавлением раствора, приготовленного по п. 3.2.3, экстрагирующим раствором.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление приэлектродного раствора

10,11 г азотнокислого калия и 0,37 г хлористого калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную кол-

бу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 г. При появлении мути или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

3.4. Подготовка электродов к работе

Новый нитратный ионоселективный электрод тщательно промывают дистиллированной водой и ополаскивают приэлектродным раствором. Затем электрод заполняют приэлектродным раствором и выдерживают в течение 24 ч в растворе концентрации c (NO_3^-) = 0,1 моль/дм³. После этого электрод помещают на 10 мин в дистиллированную воду, промокают фильтровальной бумагой и проверяют его функцию, используя растворы сравнения. В диапазоне от 2 до 4 единиц pC_{NO_3} электрод должен иметь линейную функцию с наклоном (56±3) мВ на единицу pC_{NO_3}. Если характеристика отличается от заданной, электрод непригоден для работы. В перерывах между работой электрод хранят в растворе концентрации c (NO_3^-) = 0,1 моль/дм³.

Электрод сравнения готовят к работе в соответствии с инструкцией завода-изготовителя. В перерывах между работой электрод хранят в дистиллированной воде. Первичная и периодическая поверка электрода — по ГОСТ 8.149—75.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Пробы почвы массой 20,0 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и помещают в технологические емкости или конические колбы. К пробам приливают по 50 см³ экстрагирующего раствора. Пробу с раствором перемешивают на электромеханической мешалке или встряхивателе в течение 3 мин. Полученные суспензии используют для определения нитратов.

При использовании весов с устройством пропорционального дозирования экстрагента допускается отбор пробы массой 15,0—25,0 г. Допускается пропорциональное изменение массы пробы почвы и объема экстрагирующего раствора при погрешности дозирования не более 2%.

4.2. Определение нитратов

Перед измерением нитратный ионоселективный электрод тщательно ополаскивают дистиллированной водой и выдерживают его в дистиллированной воде в течение 10 мин.

При непосредственном определении pC_{NO_3} прибор настраивают по растворам сравнения c pC_{NO_3} равными 4 и 2, используя для контроля раствор c pC_{NO_3} равное 3. При этом отклонения значений pC_{NO_3} не должны превышать 0,02 единицы pC_{NO_3} от номинального значения контрольного раствора сравнения.

При измерении в милливольтах электродную пару погружают в растворы сравнения, начиная с меньшей концентрации и определяют ЭДС.

После градуировки прибора электроды тщательно ополаскивают дистиллированной водой, промокают фильтровальной бумагой и приступают к определению нитратов в суспензиях.

Перед измерениями суспензии взбалтывают. Электродную пару погружают в суспензию и считывают показания прибора не ранее, чем через 1 мин после прекращения заметного дрейфа показаний прибора.

Настройку прибора проверяют по растворам сравнения не менее трех раз в течение рабочего дня, используя каждый раз свежие порции растворов сравнения. Температура анализируемых вытяжек и растворов сравнения должна быть одинаковой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. При непосредственном измерении pC_{NO_3} массовую долю азота нитратов в почве в миллионных долях определяют с помощью таблицы пересчета по величине pC_{NO_3}.

Пересчет pC_{NO_3} в массовую долю азота нитратов в почве, млн$^{-1}$ (мг на 1 кг почвы)

pC_{NO_3}	Сотые доли pC_{NO_3}									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
2,5	109	107	105	102	100	97,7	95,5	93,3	91,2	89,1
2,6	87,1	85,1	83,2	81,3	79,4	77,6	75,9	74,1	72,4	70,8
2,7	69,2	67,6	66,1	64,6	63,1	61,7	60,3	58,9	57,5	56,2
2,8	55,0	53,7	52,5	51,3	50,1	49,0	47,9	46,8	45,7	44,7
2,9	43,6	42,7	41,7	40,7	39,8	38,9	38,0	37,2	36,3	35,5
3,0	34,7	33,9	33,1	32,4	31,6	30,9	30,2	29,5	28,8	28,2
3,1	27,5	26,9	26,3	25,7	25,1	24,6	24,0	23,4	22,9	22,4
3,2	21,9	21,4	20,9	20,4	20,0	19,5	19,1	18,6	18,2	17,8
3,3	17,4	17,0	16,6	16,2	15,9	15,5	15,1	14,8	14,5	14,1
3,4	13,8	13,5	13,2	12,9	12,6	12,3	12,0	11,8	11,5	11,2
3,5	11,0	10,7	10,5	10,2	10,0	9,80	9,60	9,30	9,10	8,90
3,6	8,70	8,50	8,30	8,10	7,90	7,80	7,60	7,40	7,20	7,10
3,7	6,90	6,80	6,60	6,50	6,30	6,20	6,00	5,90	5,80	5,60
3,8	5,50	5,40	5,20	5,10	5,00	4,90	4,80	4,70	4,60	4,50
3,9	4,40	4,30	4,20	4,10	4,00	3,90	3,80	3,70	3,60	3,50
4,0	3,50	3,40	3,30	3,20	3,20	3,10	3,00	3,00	2,90	2,80

5.2. При измерении в милливольтах по результатам определения ЭДС в растворах сравнения строят градуировочный график в линейном масштабе. По оси абсцисс откладывают значения pC_{NO_3} растворов сравнения, а по оси ординат — соответствующие

им показания прибора (мВ). По градуировочному графику определяют значения pC_{NO_3} анализируемых суспензий.

Массовую долю азота нитратов в миллионных долях в почве определяют по величине pC_{NO_3} с помощью таблицы.

При построении градуировочного графика масштаб выбирают такой, чтобы длина оси абсцисс была равна 20 см, а оси ординат — 15—20 см. Построение градуировочного графика проводят по результатам единичных определений.

5.3. При анализе проб в состоянии естественной влажности, результат анализа пересчитывают на сухое состояние, умножая на коэффициенты K_1 и K_2, учитывающие массовую долю влаги в почве и увеличение объема экстрагирующего раствора, взаимодействующего с анализируемой пробой, за счет содержащейся в почве влаги, которые вычисляют по формулам:

$$K_1 = \frac{100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги в анализируемой почве, %.

$$K_2 = \frac{100}{100 - \frac{W}{2,5}} \quad \text{или} \quad K_2 = \frac{250}{250 - W},$$

где W — массовая доля влаги в анализируемой почве, %;

2,5 — соотношение массы пробы почвы и объема экстрагирующего раствора.

Массовую долю влаги в почве (W) в процентах определяют высушиванием пробы в термостате при температуре (105±5)°С в течение 6 ч и вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m - m_2} \cdot 100,$$

где m — масса пробы с бюксой до высушивания, г;

m_1 — масса пробы с бюксой после высушивания, г;

m_2 — масса пустой бюксы, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Массовую долю азота нитратов в пересчете на сухую почву (X_1) в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot K_1 \cdot K_2,$$

где X — массовая доля азота нитратов во влажной почве, млн$^{-1}$.

5.4. За результат анализа принимают значение единичного определения. Результат анализа выражают в миллионных долях (мг на 1 кг почвы) с округлением до первого десятичного знака.

5.5. Допускаемые относительные отклонения при двусторонней доверительной вероятности $P=0,95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют

20 % — при массовой доле азота нитратов в почве до 10 млн$^{-1}$;

15 % — св. 10 млн$^{-1}$.

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 17.07.86 Подп. в печ. 25.08.86 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,45 уч.-изд. л. Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2382