УДК 631.42:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЧВЫ

Определение нитратов по методу ЦИНАО

Soils. Determination of nitrates by CINAO method

ГОСТ 26488—85

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 марта 1985 г. № 821 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения нитратов в почвах, вскрышных и вмещающих породах при проведении почвенного, агрохимического, мелиоративного обследований угодий, контроля за состоянием почв и других изыскательских и исследовательских работ.

Суммарная относительная погрешность метода составляет 20% при массовой доле азота нитратов в почве до 5 млн$^{-1}$, 7,5% — св. 5 млн$^{-1}$.

Сущность метода заключается в извлечении нитратов из почвы раствором хлористого калия, последующем восстановлении нитратов до нитритов гидразином в присутствии меди в качестве катализатора и фотометрическом определении их в виде окрашенного диазосоединения.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 26483—85.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

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;

дозаторы с погрешностью дозирования не более 1% или пипетки и бюретки 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

кассеты десятипозиционные с технологическими емкостями из материала, устойчивого к действию применяемых реактивов, или колбы конические вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336—82;

посуду мерную лабораторную 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74;

кислоту фосфорную по ГОСТ 6552—68 х.ч. или ч.д.а.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч. или ч.д.а.;

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74, ч.д.а.;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77, х.ч. или ч.д.а.;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации с (СК1) = 1 моль/дм³;

медь (II) сернокислую 5-водную по ГОСТ 4165—78, х.ч. или ч.д.а.;

натрий пирофосфорнокислый 10-водный по ГОСТ 342—77, ч.д.а.;

1-нафтиламин по ГОСТ 8827—74, ч.д.а. или N-этил-1-нафтиламин гидрохлорид, ч. или N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорид, ч.;

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

соль динатриевую этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Приготовление раствора катализатора**

2,5 г 5-водной сернокислой меди взвешивают с погрешностью не более 0,1 г растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до 1000 см³.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

3.2. **Приготовление запасного восстанавливающего раствора**

27,5 г сернокислого гидразина, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до 1000 см³.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

3.3. **Приготовление рабочего восстанавливающего раствора**

6 см³ раствора, приготовленного по п. 3.1, и 200 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2, помещают в мерную колбу и дистиллированной водой доводят объем до 1000 см³.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.4. **Приготовление запасного окрашивающего раствора**

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают примерно 500 см³ дистиллированной воды, приливают 100 см³ фосфорной

кислоты, добавляют 5 г сульфаниламида, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, и 1 г реактива нафтиламинной группы, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г. Колбу встряхивают до полного растворения реактивов и затем доводят дистиллированной водой объем раствора до метки.

Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой не более 3 мес.

3.5. **Приготовление рабочего окрашивающего раствора**

Запасной окрашивающий раствор разбавляют дистиллированной водой в соотношении 1 : 4 и растворяют в нем трилон Б из расчета 0,2 г на 1000 см³ раствора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.6. **Приготовление щелочного раствора пирофосфорнокислого натрия**

5 г пирофосфорнокислого натрия и 8 г гидроокиси натрия, взвешенных с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде, доводя объем раствора до 1000 см³.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

3.7. **Приготовление раствора азота нитратов массовой концентрации 0,125 мг/см³**

0,903 г азотнокислого калия, высушенного при температуре 100—105°С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в растворе хлористого калия концентрации 1 моль/дм³, доводя объем до метки.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в холодильнике не более 1 мес.

3.8. **Приготовление растворов сравнения**

В мерные колбы вместимостью 250 см³ помещают указанные в таблице объемы раствора, приготовленного по п. 3.7, и доводят объемы до меток раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³.

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем раствора, приготовленного по п. 3.7, см³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация азота нитратов: в растворе сравнения, мг/дм³	0	1	2	4	6	8	10	12
в пересчете на массовую долю в почве, млн$^{-1}$	0	2,5	5,0	10	15	20	25	30

Растворы сравнения используют для градуировки фотоэлектроколориметра в день проведения анализа. Окрашивание растворов сравнения проводят аналогично окрашиванию анализируемых вытяжек и одновременно с ними.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. **Приготовление вытяжки из почвы**

Для анализа используют фильтраты вытяжек, приготовленных по ГОСТ 26483—85.

4.2. **Определение нитратов**

В технологические емкости или конические колбы отбирают по 5 см³ фильтратов и растворов сравнения. К пробам приливают по 10 см³ щелочного раствора натрия пирофосфорнокислого и по 10 см³ рабочего восстанавливающего раствора и перемешивают. Через 10 мин приливают по 25 см³ рабочего окрашивающего раствора и перемешивают. Окрашенные растворы не ранее чем через 15 мин и не позднее чем через 1,5 ч после прибавления рабочего окрашивающего раствора фотометрируют в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 545 нм или используя светофильтр с максимумом пропускания 510—560 нм.

Допускается пропорциональное изменение объемов проб анализируемых вытяжек, растворов сравнения и растворов реагентов при погрешности дозирования не более 1%.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрации азота нитратов в растворах сравнения в пересчете на массовую долю в почве (млн$^{-1}$), а по оси ординат — соответствующие им показания фотоэлектроколориметра. Массовую долю азота нитратов в анализируемой почве определяют непосредственно по градуировочному графику и вычитают из нее результат холостого опыта. Если результат определения выходит за пределы градуировочного графика, определение повторяют, предварительно разбавив фильтрат раствором хлористого калия концентрации 1 моль/дм³. Результат, найденный по графику, увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен фильтрат.

За результат анализа принимают значение единичного определения нитратов.

Результат анализа выражают в миллионных долях (млн$^{-1}$) с округлением до первого десятичного знака.

5.2. Допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0{,}95$ составляют 30% при массовой доле азота нитратов в почве до 5 (млн$^{-1}$), 10% — св. 5 млн$^{-1}$.

gost.e-ecolog.ru