УДК 624.131.371:631:006.354 Группа С09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРУНТЫ ТЕПЛИЧНЫЕ

Методы определения нитратного азота

ГОСТ 27753.7—88

Greenhouse grounds.
Methods for determination
of nitrate nitrogen

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

gost.e-ecolog.ru

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 $см^3$ раствора, исполнение I по ГОСТ 20292.

Бюретка вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 20292.

Колбы мерные вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Емкости технологические или колбы конические вместимостью не менее 100 $см^3$ 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 сернокислый по ГОСТ 5841.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Медь (II) сернокислая 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-N^1-N^1-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 сернокислой меди помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 1 года.

2.2.2. Приготовление запасного восстанавливающего раствора

(13,7±0,1) г сернокислого гидразина помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в воде, доводя объем до метки.

Раствор хранят не более 3 мес.

2.2.3. Приготовление рабочего восстанавливающего раствора

6 см³ раствора катализатора и 400 см³ запасного восстанавливающего раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

2.2.4. Приготовление запасного окрашивающего раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают примерно 500 см³ воды, приливают 100 см³ ортофосфорной кислоты, добавляют (5,00±0,01) г сульфаниламида и (1,00±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 г на 1000 см³ раствора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

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

(4,00±0,01) г гидроокиси натрия, (8,40±0,01) г натрия фосфорнокислого пиро и (38,0±0,1) г хлористого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ 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/дм³*

(7,220±0,001) г азотнокислого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ 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 $см^3$ растворов сравнения и вытяжек. К пробам приливают по 10 $см^3$ щелочного раствора, содержащего натрий фосфорнокислый пиро и хлористый калий. Затем приливают по 10 $см^3$ рабочего восстанавливающего раствора. Через 10 мин приливают по 30 $см^3$ 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, pH-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 (KNO_3) = 0,1 моль/дм^3 (pC_{NO_3} = 1).

(10,11±0,01) г азотнокислого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 105 °С, 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. Приэлектродного раствора

(10,11±0,01) г азотнокислого калия и (0,37±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 (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 милливольтах 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 милливольтах 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}.

Таблица 2

Пересчет pC_{NO_3} в массовую долю нитратного азота в грунте, млн$^{-1}$ (мг/кг), при отношении грунта и воды 1:5

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
2,0	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 pC_{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 pC_{NO_3} в массовую долю нитратного азота в грунте, млн$^{-1}$ (мг/кг), при отношении грунта и воды 1:10

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
2,0	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. Прижукова**, 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; 2.2.7.2; 2.4.1; 3.2.1.2; 3.4.2
ГОСТ 5841—74	2.1		
ГОСТ 6552—80	2.1		
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

gost.e-ecolog.ru