

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 01.07.86до 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;

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

гидразин серноокислый 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) серноокислую 5-водную по ГОСТ 4165—78, х.ч. или ч.д.а.;

натрий пиррофосфорнокислый 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 серноокислой 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 серноокислого 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 пиррофосфорнокислого натрия

5 г пиррофосфорнокислого 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°C 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, см ³	0	2	4	8	12	16	20	24
Концентрация азота нитратов: в растворе сравнения, мг/дм ³	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 пиродифосфорнокислого 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.