УДК 622.331.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОРФ И ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ ДЛЯ СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА

Методы определения нитратного азота

Peat and products of its processing for agriculture. Methods for determination of nitrate nitrogen

ГОСТ 27894.4—88

ОКСТУ 0309

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на торф и продукты его переработки для сельского хозяйства и устанавливает методы определения нитратного азота.

Сущность методов заключается в извлечении нитратов из торфа и продуктов его переработки дистиллированной водой с последующим колориметрическим определением в вытяжках нитратов с помощью фенолдисульфокислоты или в виде диазосоединения, образующегося при взаимодействии нитратов с сульфаниламидом и альфа-нафтиламином, а также с помощью ионоселективного электрода.

При возникновении разногласий в оценке массовой доли нитратного азота испытания проводят по методу с использованием фенолдисульфокислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27894.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТНОГО АЗОТА С ПОМОЩЬЮ ФЕНОЛДИСУЛЬФОКИСЛОТЫ

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³.

Фенол.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 или натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей 10 и 20 %.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329, насыщенный раствор или алюминий сернокислый по ТУ 6—09—2247, раствор с массовой долей 15%.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 105 °С.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 12,5 %.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, раствор с массовой долей 10 %.

Фенолдисульфокислота.

Основной образцовый раствор А калия азотнокислого.

Рабочий образцовый раствор Б калия азотнокислого.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление фенолдисульфокислоты*

Навеску массой (30,0±0,1) г фенола помещают в термостойкую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 200 см³ серной кислоты, закрывают корковой пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка длиной не менее 50 см, служащая обратным холодильником. Содержимое колбы осторожно перемешивают и колбу опускают в кипящую водяную баню на 6 ч, после чего охлаждают до комнатной температуры.

2.2.2. *Приготовление раствора алюминия сернокислого ($Al_2(SO_4)_3 \cdot 18\ H_2O$) с массовой долей 15 %*

Навеску массой (15,0±0,1) г алюминия сернокислого растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем в колбе до метки водой.

2.2.3. *Приготовление раствора гидроксида натрия (NaOH) и гидроксида калия (KOH) массовой долей 20%*

Навеску массой (200,0±0,1) г NaOH или KOH растворяют в 800 см³ дистиллированной воды в термостойкой колбе.

2.2.4. *Приготовление раствора NaOH и KOH массовой долей 10%*

Навеску массой (100,0±0,1) г NaOH или KOH растворяют в 900 см³ дистиллированной воды в термостойкой колбе или разбавляют 2 раза раствор NaOH или KOH массовой долей 20% (к 250 см³ раствора массовой долей 20% приливают 250 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают).

2.2.5. *Приготовление насыщенного раствора алюмокалиевых квасцов ($KAl(SO_4) \cdot 12H_2O$)*

Навеску массой (10,0±0,1) г алюмокалиевых квасцов помещают в склянку на 250 см³ и приливают 200 см³ дистиллированной воды, после тщательного перемешивания раствору дают отстоять-

ся. Для осветления водной вытяжки берут сверху прозрачную жидкость, стараясь не взмутить осадка на дне.

2.2.6. *Приготовление основного образцового раствора А калия азотнокислого (KNO_3) массовой концентрации 0,1 мг/см³*

Навеску массой (0,7218±0,0002) г калия азотнокислого растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем водой до метки. В 1 см³ приготовленного раствора А содержится 0,1 мг азота. Для консервации прибавляют 1 см³ толуола.

2.2.7. *Приготовление рабочего образцового раствора Б азотнокислого калия массовой концентрации 0,01 мг/см³*

Рабочий раствор Б получают путем разбавления раствора А, полученного по п. 2.2.6, дистиллированной водой в 10 раз (в мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 20 см³ раствора А и доводят объем полученного раствора до метки водой). Рабочий раствор Б применяют для приготовления шкалы образцовых растворов. В 1 см³ рабочего раствора Б содержится 0,01 мг азота. Рабочий раствор KNO_3 не устойчив, поэтому его готовят непосредственно перед определением.

2.2.8. *Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика*

Из раствора Б готовят серию эталонных растворов. Для этого в фарфоровые чашки № 3 наливают из бюретки количество раствора Б, указанное в табл. 1. Содержимое чашек выпаривают на водяной бане. При этом нельзя допускать пересыхания осадка в чашке. Чашки следует снимать, когда на дне остается капелька раствора. К сухому осадку в каждую чашку приливают по каплям 1 см³ фенолдисульфокислоты и тщательно растирают осадок стеклянной палочкой, которая с этого момента до конца работы остается в чашке. Через 10 мин добавляют в чашку 15 см³ дистиллированной воды, смачивая ею всю поверхность чашки и нейтрализуют раствором аммиака массовой долей 12,5 % или раствором NaOH или KOH массовой долей 20 % до щелочной реакции по лакмусовой бумажке. Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Колбу доливают дистиллированной водой до метки, перенося сюда же промывные воды из чашки, и перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов относительно контрольного раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 400—450 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. Контрольный раствор готовят следующим образом: выпаривают в фарфоровой чашке 25 см³ дистиллированной воды и прибавляют фенолдисульфокислоту и остальные реактивы в той же последовательности, как описано выше. Окраска растворов стабильная. На основании отсчетов прибора строят градуировочный график согласно табл. 1, откладывая по оси абсцисс массу нитратного азота в миллиграммах,

а по оси ординат соответствующие ей значения оптической плотности.

Таблица 1

Номер колбы эталонного раствора	Объем раствора Б, см³	Масса нитратного азота, мг
1	0,5	0,005
2	1,0	0,010
3	2,0	0,020
4	4,0	0,040
5	8,0	0,080
6	12,0	0,120
7	16,0	0,160
8	20,0	0,200

Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

2.3. Проведение испытания

Навеску массой (5,00±0,01) г торфяной продукции помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 250 см³ дистиллированной воды, добавляют 3—4 капли толуола, взбалтывают 5 мин и фильтруют. При анализе торфяной продукции с массовой долей влаги менее 40% торфяную суспензию настаивают 18—20 ч и фильтруют. Фильтрат должен быть прозрачным. Прозрачности достигают неоднократным фильтрованием через тот же фильтр с осадком. Если прозрачный фильтрат сильно окрашен, его осветляют. В случае присутствия большого количества аммиачного азота в фильтрат добавляют несколько капель 10 %-ного раствора сернокислого натрия.

Пипеткой отбирают 10—50 см³ прозрачного и бесцветного фильтрата в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане. В чашку к сухому остатку добавляют по каплям 1 см³ фенолдисульфокислоты и растирают стеклянной палочкой. Через 10 мин добавляют 15 см³ дистиллированной воды, нейтрализуют раствором аммиака массовой долей 12,5 % или раствором NaOH или KOH массовой долей 20 % по лакмусовой бумажке. Жидкость из чашки переносят в мерную колбу на 50 см³ (при интенсивной окраске - на 100—250 см³), доводят объем до метки и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре согласно п. 2.2.8.

Осветление темноокрашенных растворов производят следующим образом. К взятому на определение количеству фильтрата (10—15 см³) добавляют 1 см³ раствора NaOH или KOH массовой долей 10%, взбалтывают и добавляют по каплям насыщенный раствор алюмокалиевых квасцов или 1—2 см³ раствора алюминия сернокислого массовой долей 15 %. При этом появляется муть, вначале исчезающая, а затем собирающаяся в хлопья. Жидкость

отфильтровывают в фарфоровую чашку и используют для определения нитратов, как указано выше.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массу нитратного азота (X) в миллиграммах на 100 г торфяной продукции при натуральной влаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot K' \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

где m — масса нитратного азота, соответствующая на градуировочном графике отсчету на фотоэлектроколориметре, мг;

250 — объем воды, приливаемой к навеске исследуемого материала, см³;

V — объем фильтрата, взятый на определение, см³;

m_1 — масса навески торфяной продукции, г;

K' — поправка на разбавление фильтрата.

2.4.2. Массу нитратного азота (X_1) в миллиграммах на 100 г сухого вещества вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги торфяной продукции, %.

2.4.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

мг

Масса нитратного азота	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
До 50	5	10
От 50 до 100	10	15
» 100 » 200	20	30
Св. 200	30	45

2.4.4. Массовую долю нитратного азота (X_2) в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1}{1000}$$

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТНОГО АЗОТА С ПОМОЩЬЮ СУЛЬФАНИЛАМИДА И АЛЬФА-НАФТИЛАМИНА

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

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

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 105 °С.

Гидразин сернокислый (сульфат гидразина) по ГОСТ 5841;

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Сульфаниламид (белый стрептоцид) медицинский по действующей нормативно-технической документации.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотность 1,87 г/см³.

N-этил-1-нафтиламин гидрохлорид, или альфа-нафтиламин по ГОСТ 8827, или *N*-1 нафтил-этилендиамин дигидрохлорид.

Натрий пирофосфорнокислый по ГОСТ 342.

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

Раствор катализатора: раствор меди сернокислой массовой долей 0,25%.

Основной раствор восстановителя гидразина сернокислого.

Рабочий раствор восстановителя.

Основной окрашивающий раствор.

Рабочий окрашивающий раствор.

Щелочной раствор натрия пирофосфорнокислого массовой долей 0,5%.

Основной образцовый раствор А калия азотнокислого.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. *Приготовление раствора катализатора (раствора меди сернокислой ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) массовой долей 0,25 %).*

Навеску массой (2,5±0,1) г меди сернокислой растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора водой до метки.

3.2.2. *Приготовление основного раствора восстановителя (гидразина сернокислого $N_2H_4 \cdot H_2SO_4$)*

Навеску массой (13,73±0,01) г гидразина сернокислого растворяют в 500 см³ подогретой до 45—50 °С дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем до метки водой.

3.2.3. *Приготовление рабочего раствора восстановителя*

6 см³ раствора катализатора и 400 см³ основного раствора восстановителя переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке из темного стекла не более недели.

3.2.4. *Приготовление основного окрашивающего раствора*

К 500 см³ дистиллированной воды прибавляют 200 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают, растворяют в полученном растворе 10 г хорошо растертого в ступке порошка сульфанилами-

да и 2 г *N*-этил-1-нафтиламин гидрохлорида, или *N*-1-нафтил-этилендиамин дигидрохлорида, или альфа-нафтиламина, перемешивают и доводят объем до 2 дм³ дистиллированной водой. Хранят в склянке из темного стекла в холодильнике при температуре от 5 до 10 °С не более 1 мес.

3.2.5. *Приготовление рабочего окрашивающего раствора*

Навеску массой (0,20±0,01) г трилона Б растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 167 см³ основного окрашивающего раствора, перемешивают и доводят объем до метки водой. Этот раствор готовят в день проведения анализа.

3.2.6. *Приготовление щелочного раствора пирофосфорнокислого натрия ($Na_4P_2O_7$ в NaOH) массовой долей 0,5 %*

Навески массой (5,0±0,1) г пирофосфорнокислого натрия и (4,0±0,1) г натрия гидроксида растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем водой до метки.

3.2.7. *Приготовление основного образцового раствора А калия азотнокислого (KNO_3) массовой концентрацией 0,5 мг/см³*

Навеску массой (3,6090±0,0002) г калия азотнокислого растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем водой до метки. В 1 см³ приготовленного раствора А содержится 0,5 мг азота.

3.2.8. *Приготовление шкалы рабочих образцовых растворов и построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 250 см³ из бюретки последовательно наливают количество основного образцового раствора А калия азотнокислого, указанные в табл. 3, и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Таблица 3

Номер колб эталонного раствора	Объем раствора А, см³	Масса нитратного азота в 1 см³, мг	Объем рабочего раствора, см³	Масса нитратного азота в эталонном растворе, мг
1	2,5	0,005	1	0,005
2	5,0	0,010	1	0,010
3	10,0	0,020	1	0,020
4	20,0	0,040	1	0,040
5	40,0	0,080	1	0,080
6	60,0	0,140	1	0,140
7	100,0	0,200	1	0,200

В день проведения анализа из рабочих образцовых растворов отбирают по 1 см³ в мерные колбы вместимостью 50 см³ и добавляют 10 см³ раствора натрия пирофосфорнокислого массовой долей 0,5 %, перемешивают, прибавляют 10 см³ рабочего восстанав-

ливающего раствора и перемешивают. Не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 30 мин после добавления рабочего восстанавливающего раствора приливают 29 см³ рабочего окрашивающего раствора и тщательно перемешивают. Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов относительно контрольного раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 520—545 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм не ранее чем через 15—20 мин и не позднее чем через 1,5 ч после добавления рабочего окрашивающего раствора.

Контрольный раствор готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 10 см³ раствора пирофосфорнокислого натрия, затем 10 см³ рабочего восстанавливающего раствора и 1 см³ воды и перемешивают. Не ранее чем через 10 мин и не позднее чем через 30 мин после добавления рабочего восстанавливающего раствора приливают 29 см³ рабочего окрашивающего раствора и тщательно перемешивают.

На основании показаний прибора строят градуировочный график согласно табл. 3, откладывая по оси абсцисс массу нитратного азота в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие ей значения оптической плотности. Градуировочный график проверяют по трем точкам перед каждым испытанием.

3.3. Проведения испытания

Для испытания используют фильтрат, полученный по п. 2.3. Пипеткой отбирают 1 см³ прозрачного и бесцветного фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см³; добавляют 10 см³ щелочного раствора натрия пирофосфорнокислого массовой долей 0,5 %, 10 см³ рабочего восстанавливающего раствора, тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. Через 10 мин, но не позднее чем через 30 мин после добавления рабочего восстанавливающего раствора приливают 29 см³ рабочего окрашивающего раствора и тщательно перемешивают. Не ранее чем через 15—20 мин и не позднее чем через 1,5 ч после добавления рабочего окрашивающего раствора измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоэлектроколориметре согласно п. 3.2.8.

По измеренному значению оптической плотности раствора находят по градуировочному графику массовую долю нитратного азота в миллиграммах.

3.4. Обработка результатов

Обработку результатов проводят по п. 2.4.

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ С ПОМОЩЬЮ ИОНОСЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОДА

Метод основан на извлечении нитратов из торфяной продукции раствором алюмокалиевых квасцов с массовой долей 1 % при соотношении массы пробы продукции и объема раствора 1:10 и пос-

ледующем определении концентрации ионов нитратов в вытяжке с помощью ионоселективного электрода.

4.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 4-го класса точности по ГОСТ 24104.

Иономер или pH милливольтметр.

Электрод ионоселективный нитратный типа ЭМ-NO_3-01,ЭИМ-1, ЭИМ-11.

Электрод сравнения хлорсеребряный типа ЭВЛ-1 М3.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329 массовой долей 1%.

4.2. Подготовка к испытанию. Приготовление растворов сравнения

4.2.1. *Приготовление раствора алюмокалиевых квасцов ($KAl(SO_4)_2 \cdot 12\,H_2O$) массовой долей 1 %*

Навеску массой (10,0±0,1) г растворяют в 990 см³ дистиллированной воды.

4.2.2. *Приготовление раствора калия азотнокислого (KNO_3) молярной концентрации $C_{NO_3} = 0{,}1$ моль/дм³ ($pC_{NO_3} = 1$)*

Навеску массой (10,11±0,01) г калия азотнокислого, перекристаллизованного, высушенного до постоянной массы при температуре 100—105 °С растворяют в растворе алюмокалиевых квасцов, приготовленных по п. 4.2.1. Раствор сохраняется в холодильнике в течение 1 мес.

4.2.3. *Приготовление раствора калия азотнокислого молярной концентрации $C_{NO_3} = 0{,}01$ моль/дм³ ($pC_{NO_3} = 2$)*

Готовят 10-кратным разбавлением раствора, приготовленного по п. 4.2.2, раствором алюмокалиевых квасцов, приготовленным по п. 4.2.1. Раствор сохраняется в течение 1 мес в холодильнике.

4.2.4. *Приготовление раствора калия азотнокислого молярной концентрации $C_{NO_3} = 0{,}001$ моль/дм³ ($pC_{NO_3} = 3$)*

Готовят 10-кратным разбавлением раствора, приготовленного по п. 4.2.3, раствором алюмокалиевых квасцов, приготовленным по п. 4.2.1. Раствор сохраняется в холодильнике в течение 1 мес.

4.2.5. *Приготовление раствора калия азотнокислого молярной концентрации $C_{NO_3} = 0{,}0001$ моль/дм³ ($pC_{NO_3} = 4$)*

Готовят 10-кратным разбавлением раствора, приготовленного по п. 4.2.4 раствором алюмокалиевых квасцов, приготовленным по п. 4.2.1. Раствор сохраняется в холодильнике в течение 1 мес.

4.2.6. *Приготовление приэлектродного раствора калия азотнокислого молярной концентрации $C_{NO_3} = 0{,}1$ моль/дм³ и калия хлористого молярной концентрации $C_{KCl} = 0{,}005$ моль/дм³*

Навески массой (10,11±0,01) г калия азотнокислого и (0,37±±0,01) г калия хлористого растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

4.2.7. *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 KNO_3 молярной концентрации $C_{NO_3^-}$= 0,1 моль/дм³, приготовленном по п. 4.2.2. После этого электрод помещают на 10 мин в дистиллированную воду, промокают фильтровальной бумагой и проверяют его функцию, используя растворы сравнения. В промежутках между работой электрод хранят в растворе 0,001 моль/дм³ KNO_3.

Хлорсеребряный электрод сравнения готовят к работе в соответствии с инструкцией завода-изготовителя. Первичная и периодическая поверка электрода производится по нормативно-технической документации.

4.3. Проведение испытания

4.3.1. *Приготовление вытяжки для анализа*

От подготовленного для анализа образца торфяной продукции отвешивают (10,0±0,1) г и приливают 100 см³ раствора алюмокалиевых квасцов с массовой долей 1%. Затем образец взбалтывают на ротаторе 15 мин или оставляют на ночь. Фильтруют. Полученный фильтрат используют для определения ионов NO_3^-. Определение ионов можно проводить и непосредственно в суспензии.

4.3.2. *Настройка иономера и определение нитратов*

Настройка прибора и работа на нем проводятся согласно инструкции к прибору.

Концентрацию нитрат иона можно определить в двух режимах: «pX» и «мВ».

4.3.2.1. *Настройка иономера и измерение «pX»*

Градуировку прибора производят по двум стандартным растворам KNO_3 с концентрацией 10^{-4} моль/дм³ ($pC_{NO_3^-}$=4) и 10^{-2} моль/дм³ ($pC_{NO_3^-}$=2).

Подготовленные к работе нитратный и хлорсеребряный электроды ополаскивают дистиллированной водой, погружают в стандартный раствор $pC_{NO_3^-}$=4 и устанавливают прибор на значение «4». Затем ополаскивают электроды дистиллированной водой и погружают в раствор $pC_{NO_3^-}$=2. Устанавливают прибор на значение «2». Окончательную градуировку прибора проверяют по раствору с $pC_{NO_3^-}$=3. Отклонения от стандартного значения не должны превышать ±0,04 $pC_{NO_3^-}$. Закончив калибровку, электроды погружают в испытуемый раствор и снимают показания прибора в $pC_{NO_3^-}$. В течение рабочего дня калибровку прибора повторяют по стандартным растворам.

Полученные значения pC_{NO_3} пересчитывают по табл. 4 в мг нитратного азота в 100 г торфа или торфяной продукции при натуральной влаге.

Для пересчета на сухое вещество найденный по табл. 4 результат умножают на коэффициент *(K)*, который вычисляют по формуле

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

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

Таблица 4

Вспомогательная таблица для пересчета pC_{NO_3} в массовую долю азота нитратов в испытуемом материале при натуральной влаге (соотношение массы пробы и объема дистиллированной воды 1:10)

pC_{NO_3}	Массовая доля азота нитратов, мг на 100 г продукции при натуральной влаге									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,5	446,68	436,52	426,58	416,87	407,38	398,11	389,05	380,19	371,54	363,08
1,6	354,81	346,74	338,84	331,13	323,59	316,23	309,03	302,00	295,12	288,40
1,7	281,84	275,42	269,15	263,03	257,04	251,19	245,47	239,88	234,42	229,09
1,8	223,87	218,78	213,80	208,94	204,17	199,53	194,98	190,55	186,21	181,97
1,9	177,83	173,78	169,82	165,96	162,18	158,49	154,88	151,36	147,91	144,54
2,0	141,25	138,04	134,90	131,83	128,82	125,89	123,03	120,23	117,49	114,82
2,1	112,20	109,65	107,15	104,71	102,33	100,00	97,72	95,50	93,33	91,20
2,2	89,13	87,10	85,11	83,18	81,28	79,43	77,62	75,86	74,13	72,44
2,3	70,79	69,18	67,61	66,07	64,57	63,10	61,66	60,26	58,88	57,54
2,4	56,23	54,95	53,70	52,48	51,29	50,12	48,98	47,86	46,77	45,71
2,5	44,67	43,65	42,66	41,69	40,74	39,81	38,90	38,02	37,15	36,31
2,6	35,48	34,67	33,88	33,11	32,36	31,62	30,90	30,20	29,51	28,84
2,7	28,18	27,54	26,92	26,30	25,70	25,12	24,55	23,99	23,44	22,91
2,8	22,39	21,88	21,38	20,89	20,42	19,95	19,50	19,05	18,62	18,20
2,9	17,78	17,38	16,98	16,60	16,22	15,85	15,49	15,14	14,79	14,45
3,0	14,13	13,80	13,49	13,18	12,88	12,59	12,30	12,02	11,75	11,48
3,1	11,22	10,96	10,72	10,47	10,23	10,00	9,77	9,55	9,33	9,12
3,2	8,91	8,71	8,51	8,32	8,13	7,94	7,76	7,59	7,41	7,24
3,3	7,08	6,92	6,76	6,61	6,46	6,31	6,17	6,03	5,89	5,75
3,4	5,62	5,50	5,37	5,25	5,13	5,01	4,90	4,79	4,68	4,57
3,5	4,47	4,37	4,27	4,17	4,07	3,98	3,89	3,80	3,72	3,63
3,6	3,55	3,47	3,39	3,31	3,24	3,16	3,09	3,02	2,95	2,88
3,7	2,82	2,75	2,69	2,63	2,57	2,51	2,45	2,40	2,34	2,29
3,8	2,24	2,19	2,14	2,09	2,04	2,00	1,95	1,91	1,86	1,82
3,9	1,78	1,74	1,70	1,66	1,62	1,58	1,55	1,51	1,48	1,45
4,0	1,41	1,38	1,35	1,32	1,29	1,26	1,23	1,20	1,17	1,15

4.3.2.2. *Настройка иономера и измерение «мВ»*

Перед началом работы устанавливают показания шкалы прибора по стандартным растворам KNO_3 в порядке возрастания концентрации в моль/дм³, начиная с меньшей: 10^{-4}, 10^{-3}, 10^{-2}, 10^{-1}.

Если при измерении ЭДС растворов разность показаний между двумя последующими стандартными растворами меньше 48 мВ, то электрод находится в нерабочем состоянии. Электрод имеет линейную функцию для водных растворов в диапазоне 1,0—4,0 pC_{NO_3} с наклоном 52—54 мВ на единицу.

После градуировки прибора электроды тщательно ополаскивают дистиллированной водой, высушивают фильтровальной бумагой и приступают к определению нитратов в испытуемых суспензиях или фильтратах. Температура анализируемых проб и растворов должна быть одинаковой. Настройку прибора проверяют по растворам сравнения не менее трех раз в течение рабочего дня, используя каждый раз свежие порции стандартных растворов.

По показаниям прибора на миллиметровой бумаге строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают pC_{NO_3} (1, 2, 3, 4), соответствующие концентрациям стандартных растворов KNO_3 (10^{-1}, 10^{-2}, 10^{-3}, 10^{-4} моль/дм^3). По оси ординат откладывают соответствующие им показания прибора в мВ.

По градуировочному графику находят величину pC_{NO_3} и по табл. 4 находят массовую долю азота нитратов в исследуемых пробах в мг на 100 г продукции при натуральной влаге. Для учета влаги в сыром образце используют коэффициент пересчета (K).

Градуировочный график допускается строить и на полулогарифмической бумаге. По оси ординат (линейная шкала) откладывают ЭДС электродной пары (в мВ), а по оси абсцисс (логарифмическая шкала) — содержание азота нитратного в анализируемом растворе.

4.3.3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

мг

Массовая доля нитратного азота	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
До 50	10	15
От 50 » 100	15	22
Св. 100	20	30

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством топливной промышленности РСФСР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Кузнецова (руководитель разработки), канд. биол. наук; **Б. П. Морозов** (руководитель темы); **В. Н. Булганина**, канд. техн. наук; **А. А. Веденина**, канд. с.-х. наук; **Г. П. Симонова**, канд. биол. наук; **И. А. Карлина**; **Л. И. Розанова**; **В. М. Петрович** (руководитель разработки); **Н. К. Шорох**; **О. А. Краснова**; **Т. В. Агеева**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.11.88 № 3771

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 342—77	3.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4165—78	3.1
ГОСТ 4166—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4217—77	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4234—77	3.1, 4.1
ГОСТ 4328—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4329—77	2.1, 4.1
ГОСТ 5841—74	3.1
ГОСТ 6417—72	2.1
ГОСТ 6552—80	3.1
ГОСТ 6709—72	4.1
ГОСТ 8627—74	3.1
ГОСТ 10652—73	3.1
ГОСТ 12083—78	2.1, 3.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 24363—80	2.1
[illegible]	1
[illegible]	2.1

gost.e-ecolog.ru