

42 1522

ИОНОМЕР рХ-150.1МИ

Руководство по эксплуатации
ГРБА.414318.002-01РЭ

СОДЕРЖАНИЕ

1 УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	3
1.1 Принцип работы прибора	3
1.2 Конструкция прибора	7
2 УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ	11
3 ПОДГОТОВКА ПРИБОРА К РАБОТЕ.....	12
3.1 Распаковка.....	12
3.2 Подготовка электродов к работе.....	12
3.3 Подготовка источников питания	12
3.4 Подготовка прибора	12
4 РАБОТА С ПРИБОРОМ.....	13
4.1 Включение и выключение прибора.....	13
4.2 Режимы работы прибора.....	14
5 ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.....	14
5.1 Измерение температуры растворов	14
5.2 Измерение показателя активности (рХ) нитрат-ионов	15
5.3 Измерение ЭДС электродной системы	16
5.4 Измерение массовой доли (сХ) нитрат-ионов (или нитратного азота)..	16
6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ.....	18
6.1 Определение нитратов в продукции растениеводства.....	18
6.2 Определение нитратов в продуктах переработки плодов и	19
6.3 Определение нитратов в растительных кормах	21
6.4 Определение нитратного азота в тепличных грунтах	23
6.5 Определение нитратного азота в почвах.....	23
6.6 Определение нитратного азота в торфе и продуктах его переработки	24
6.7 Определение нитратов в минеральных водах	24
6.8 Определение нитратов в других объектах	26
7 ГРАДУИРОВКА ПРИБОРА.....	26
8 КОНТРОЛЬ ПРАВИЛЬНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ.....	35
9 РЕЖИМ КОНТРОЛЯ И УСТАНОВКИ ЗНАЧЕНИЯ cX_3 НА НУЛЕВОМ КАНАЛЕ.....	35
10 ВРЕМЕННАЯ ОСТАНОВКА ПРОЦЕССА ИЗМЕРЕНИЯ	37
11 РАБОТА С БЛОКНОТОМ.....	38
11.1 Порядок сохранения результатов измерений	38
11.2 Порядок извлечения результатов измерений	39
12 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ ПРИБОРА	40
13 АВТОМАТИЧЕСКАЯ ДИАГНОСТИКА ПРИБОРА. ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	40
ПРИЛОЖЕНИЕ А	44
Перечень объектов анализа, нормативные документы и предустановленные значения массовой доли и концентрации нитрат-ионов при рХ = 3,00 на различных каналах прибора	
ПРИЛОЖЕНИЕ Б	46
Методики приготовления градуировочных и фоновых растворов.....	
ПРИЛОЖЕНИЕ В	53
Перечень документов, на которые даются ссылки в настоящем руководстве по эксплуатации.....	

Иономер рХ-150.1МИ (далее - прибор) предназначен для измерения показателя активности (рХ), массовой доли (сХ) нитрат-ионов NO_3^- (в соответствии с аттестованными методиками выполнения измерений) и температуры в водных растворах проб растительной, пищевой продукции, почв, природных и сточных вод.

Иономер является портативным микропроцессорным прибором с сетевым и автономным питанием и может применяться в лабораториях сельскохозяйственных, пищевых предприятий, торговых организаций и других отраслей народного хозяйства, а также в области охраны окружающей природной среды.

Основные технические характеристики, методика поверки и сведения по градуировке преобразователя изложены в формуляре ГРБА.414318.002-01ФО.

1 УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

1.1 Принцип работы прибора

В основу работы прибора положен потенциометрический метод анализа ионного состава растворов.

Прибор состоит из первичных измерительных преобразователей – электродной системы, термодатчика и вторичного измерительного преобразователя (далее - преобразователь).

Для измерений активности (концентрации) ионов NO_3^- используется электродная система, состоящая из измерительного электрода и электрода сравнения.

В качестве измерительного электрода применяется мембранный ионоселективный электрод ЭЛИС-121 NO_3 , в качестве электрода сравнения - хлорсеребряный электрод ЭСр-10103/3,5. Также могут применяться электроды других типов с аналогичными метрологическими характеристиками, в том числе комбинированные.

При погружении в анализируемый раствор электродная система развивает электродвижущую силу (ЭДС), линейно зависящую от значения показателя активности нитрат - ионов pNO_3 .

ЭДС идеальной электродной системы подчиняется уравнению Нернста:

$$E = E^0 + S_{\text{теор.}} \cdot \text{pX}, \quad (1)$$

где E – ЭДС электродной системы в анализируемом растворе, мВ;
 E^0 – ЭДС электродной системы при активности нитрат - ионов равной 1 моль/дм³, мВ;
 pX – показатель активности нитрат - ионов в анализируемом растворе;

$S_{\text{теор.}}$ – теоретическое значение крутизны электродной характеристики, рассчитывается по формуле (2), мВ/рХ.

$$S_{\text{теор.}} = 54,19 + 0,1984 \cdot t, \quad (2)$$

где t – температура растворов, °С.

Однако для реальных электродных систем наблюдаются некоторые отступления от этой (теоретической) зависимости, которые выражаются в отклонении характеристики от линейности, разбросе значений и дрейфе E^0 , а также отклонении (обычно меньшую сторону) крутизны электродной характеристики от теоретического значения. Кроме того, крутизна электродной характеристики постепенно снижается по мере выработки ресурса измерительного электрода. Поэтому перед началом измерений необходимо произвести градуировку прибора по градуировочным растворам с известной концентрацией (активностью).

Примерный вид электродной характеристики показан на рисунке 1.

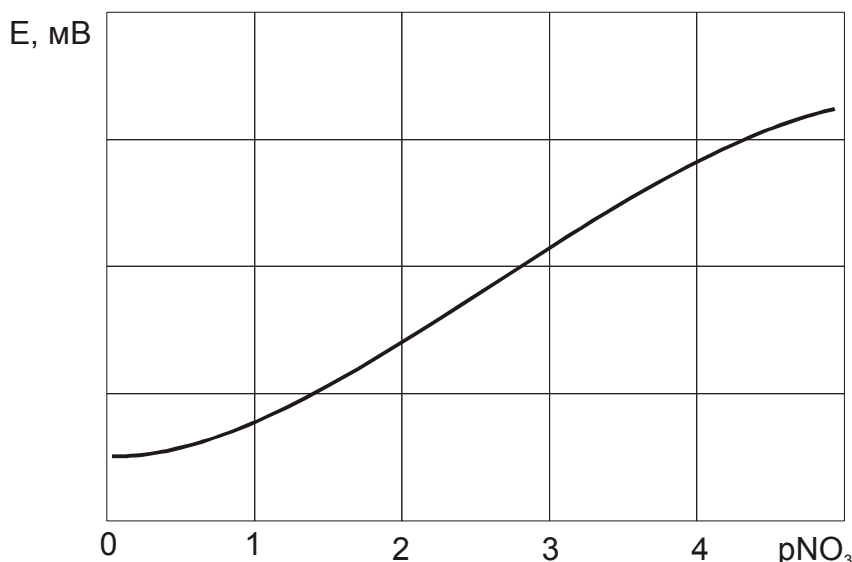


Рисунок 1 - Электродная характеристика

В ходе градуировки производится измерение ЭДС электродной системы в каждом градуировочном растворе, и эти значения заносятся в память преобразователя. На основании полученных данных рассчитывается крутизна электродной характеристики и выполняется оценка состояния электродной системы, а также качества проведения градуировки. Количественным показателем этого является величина K_s , показывающая долю, которую составляет полученная в ходе градуировки крутизна электродной характеристики от теоретического значения. Она рассчитывается по формуле:

$$K_s = \frac{E_1 - E_2}{(CT_1 - CT_2) S_{\text{теор.}}}, \quad (3)$$

где $S_{\text{теор.}}$ – теоретическое значение крутизны электродной характеристики, рассчитанное по формуле (2) для температуры градуировочных растворов, мВ/рХ;

E_1 – ЭДС электродной системы в первом градуировочном растворе, мВ;

E_2 – ЭДС электродной системы во втором градуировочном растворе, мВ;

CT_1 – значение показателя активности нитрат - ионов (рХ) в первом градуировочном растворе;

CT_2 – значение показателя активности нитрат - ионов (рХ) во втором градуировочном растворе.

Для «свежих» электродов и при условии отсутствия ошибок в ходе градуировки K_s составляет 0,95...1,00. По мере эксплуатации измерительного электрода этот показатель обычно снижается. Значение K_s выходящее за пределы 0,7...1,1 считается ошибкой. Сообщения об ошибках выводятся на дисплей прибора (13).

Градуировка может осуществляться по 1, 2 или 3-м градуировочным растворам.

При градуировке по двум градуировочным растворам функция преобразования представляет собой прямую линию аппроксимирующую электродную характеристику (рис 2), а расчет значения рХ осуществляется по формуле (4).

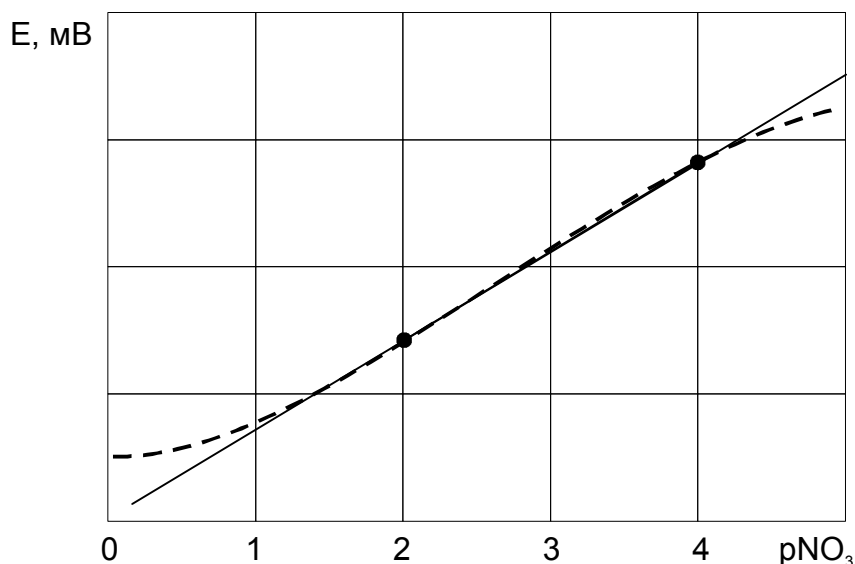


Рисунок 2 - Градуировка по двум градуировочным растворам

$$pX = CT_1 + \frac{E - E_1}{K_s S_{\text{теор.}}}, \quad (4)$$

где pX – значение показателя активности нитрат - ионов в анализируемом растворе;

K_s – доля, которую составляет реальная крутизна электродной характеристики от теоретического значения, рассчитанная по формуле (3);

$S_{\text{теор.}}$ – теоретическое значение крутизны электродной характеристики, рассчитанное по формуле (2) для температуры градуировочных растворов, мВ/ pX ;

E – ЭДС электродной системы в анализируемом растворе, мВ;

E_1 – ЭДС электродной системы в первом градуировочном растворе, мВ;

$СТ1$ – значение показателя активности нитрат - ионов (pX) в первом градуировочном растворе.

Применение трех градуировочных растворов (трехточечная градуировка) позволяет лучше учесть некоторую нелинейность электродной функции и тем самым снизить погрешность измерений (рис.3).

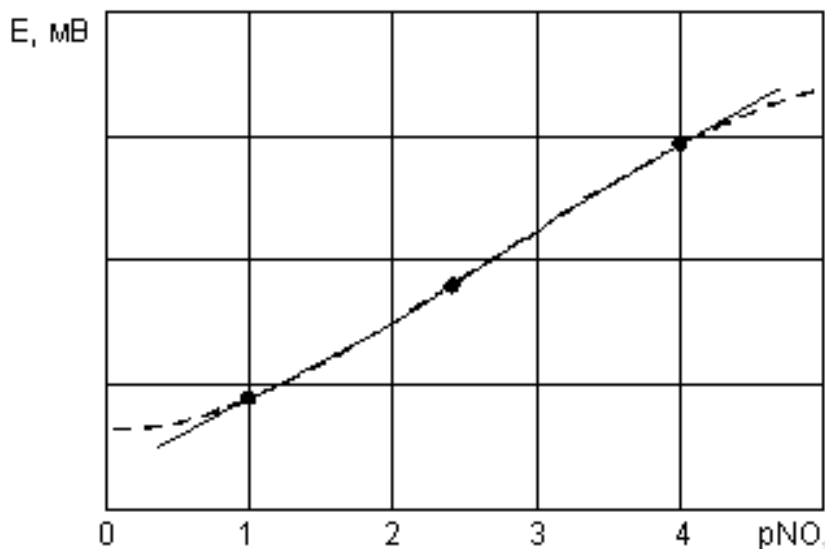


Рисунок 3 - Градуировка по трем градуировочным растворам

Функция преобразования в этом случае представляет собой ломаную линию, а расчет значения pX осуществляется по формулам подобным (4) отдельно для каждого ее отрезка.

При градуировке по одному раствору прибор определяет значение показателя активности нитрат - ионов (pX) в одном градуировочном растворе. В этом случае результаты измерения вычисляются по формуле (1), а значение крутизны электродной характеристики сохраняется таким, которое было определено при предыдущей градуировке.

В преобразователях предусмотрено преобразование показателя активности в единицы массовой концентрации и массовой доли (г/дм³ и г/кг). При расчете содержания нитрат - ионов в объекте анализа учитывается методика подготовки пробы (масса или объем образца, его влажность, объем экстрагирующего раствора и т.д.). Преобразование осуществляется по следующей формуле:

$$cX = cX_3 \bullet 10^{(3,00 - pX)} \quad (5)$$

где cX - концентрация нитрат-ионов в анализируемой пробе, г/дм³ или г/кг;

cX_3 – значение концентрации нитрат-ионов в анализируемой пробе при $pX=3,00$ из таблицы пересчета, приведенной в соответствующей методике выполнения измерений, г/дм³ или г/кг;

pX - значение показателя активности анализируемого раствора.

При преобразовании показателя активности в единицы массовой доли и массовой концентрации значение cX_3 может быть установлено любым в диапазоне от 10 - 10000 мг/кг (мг/дм³) или выбрано из ряда предустановленных значений, соответствующих методикам подготовки проб действующих нормативных документов. Перечень нормативных документов, объектов анализа и предустановленные на различных каналах прибора значения cX_3 приведены в приложении А.

Для измерения температуры применяется термодатчик на основе терморезистора. Его электрическое сопротивление преобразуется в значение температуры. Измерение температуры носит вспомогательный характер. Оно предназначено только для оценки состояния электродной системы и качества проведения градуировки (по значению K_s), а также для предупреждения о несоответствии температур растворов.



Автоматическая компенсация температурной зависимости электродной системы при измерениях pX и cX не осуществляется, поэтому для предотвращения дополнительной погрешности градуировочные и анализируемые растворы должны иметь одинаковую температуру ($\pm 2^\circ\text{C}$).

1.2 Конструкция прибора

Прибор представляет собой комплект, включающий преобразователь, блок сетевого питания, термодатчик и электроды.

Для работы в стационарных условиях в комплект поставки входит разборный штатив с держателем электродов. Конструкция и порядок сборки штатива приведены в его руководстве по эксплуатации.

1.2.1 Электродная система состоит из измерительного электрода ЭЛИС-121NO₃ и электрода сравнения ЭСр-10103/3,5. Также может использоваться комбинированный электрод.

Измерительный электрод ЭЛИС-121NO₃ представляет собой пластмассовый стержень диаметром 10 мм (в нижней и средней части). В торце нижней части электрода установлена чувствительная к нитрат-ионам полимерная мембрана. Верхняя часть электрода заканчивается втулкой, из которой выходит кабель с разъемом для подключения к преобразователю.

Электрод сравнения ЭСр-10103/3,5 имеет стеклянный корпус диаметром 12 мм. В нижней его части впаяна пористая керамика, обеспечивающая электролитический контакт между электролитом, залитым в электрод, и анализируемым раствором. В верхней части корпуса имеется заливочное отверстие для заполнения электрода электролитом. Оно закрывается резиновой пробкой или пояском. Верхняя часть электрода также заканчивается втулкой, из которой выходит кабель с разъемом для подключения к преобразователю.

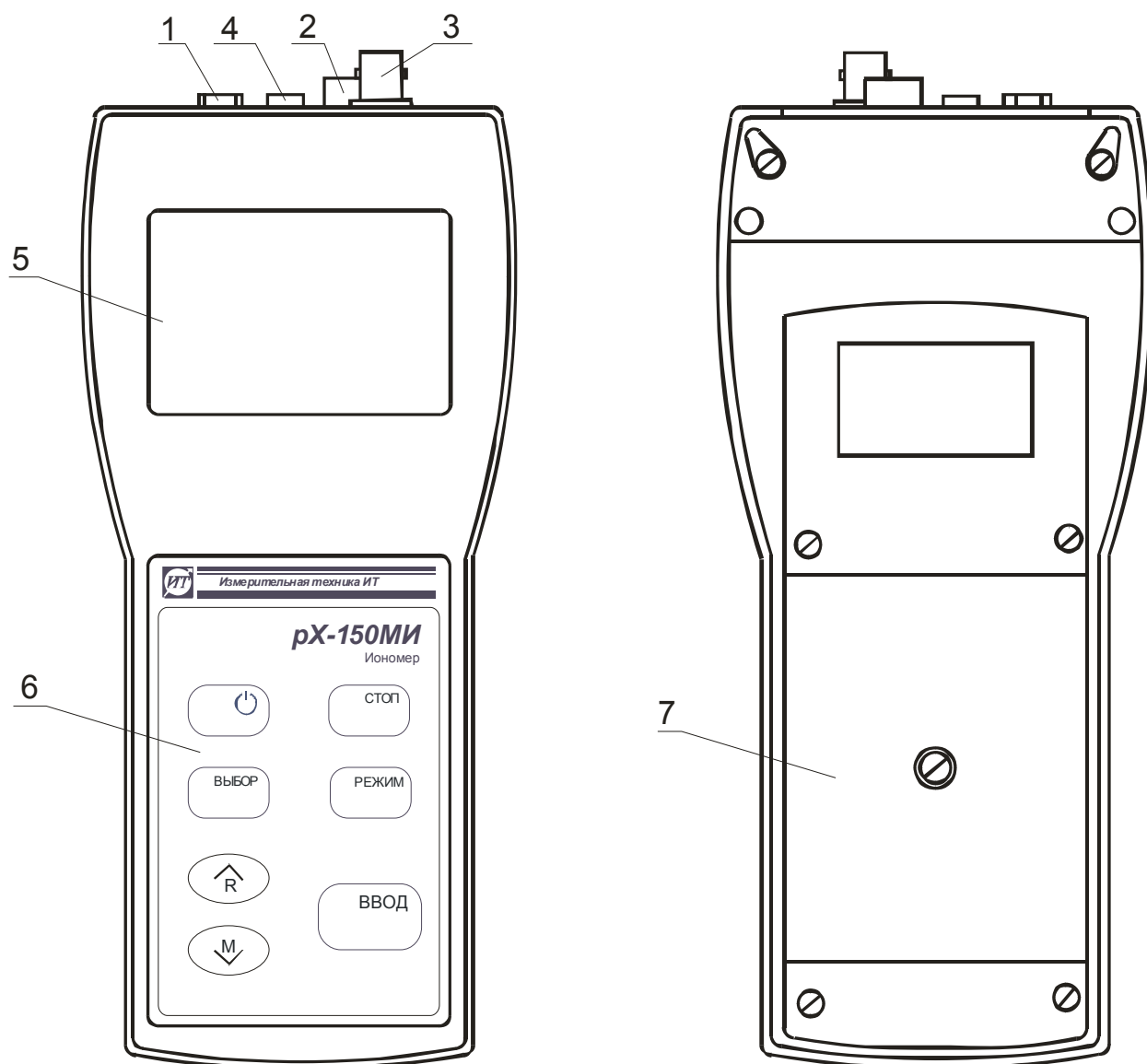
1.2.2 Термодатчик ТДЛ-1000-06 представляет собой пустотелый стержень, изготовленный из нержавеющей стали, внутри которого установлен термоэлемент. Из верхней части датчика выходит кабель с разъемом для подключения к преобразователю.

При работе датчик устанавливается на штатив вместе с электродной системой и погружается в анализируемый раствор на глубину не менее 30 мм.

1.2.3 Выносной блок сетевого питания предназначен для работы прибора от сети переменного тока. Блок выполнен в пластмассовом корпусе.

Питание преобразователя от блока подается посредством гибкого шнура со штекером. При подключении штекера в соответствующее гнездо преобразователя автономное питание автоматически отключается.

1.2.4 Конструктивно преобразователь выполнен в пластмассовом корпусе (рисунок 4).

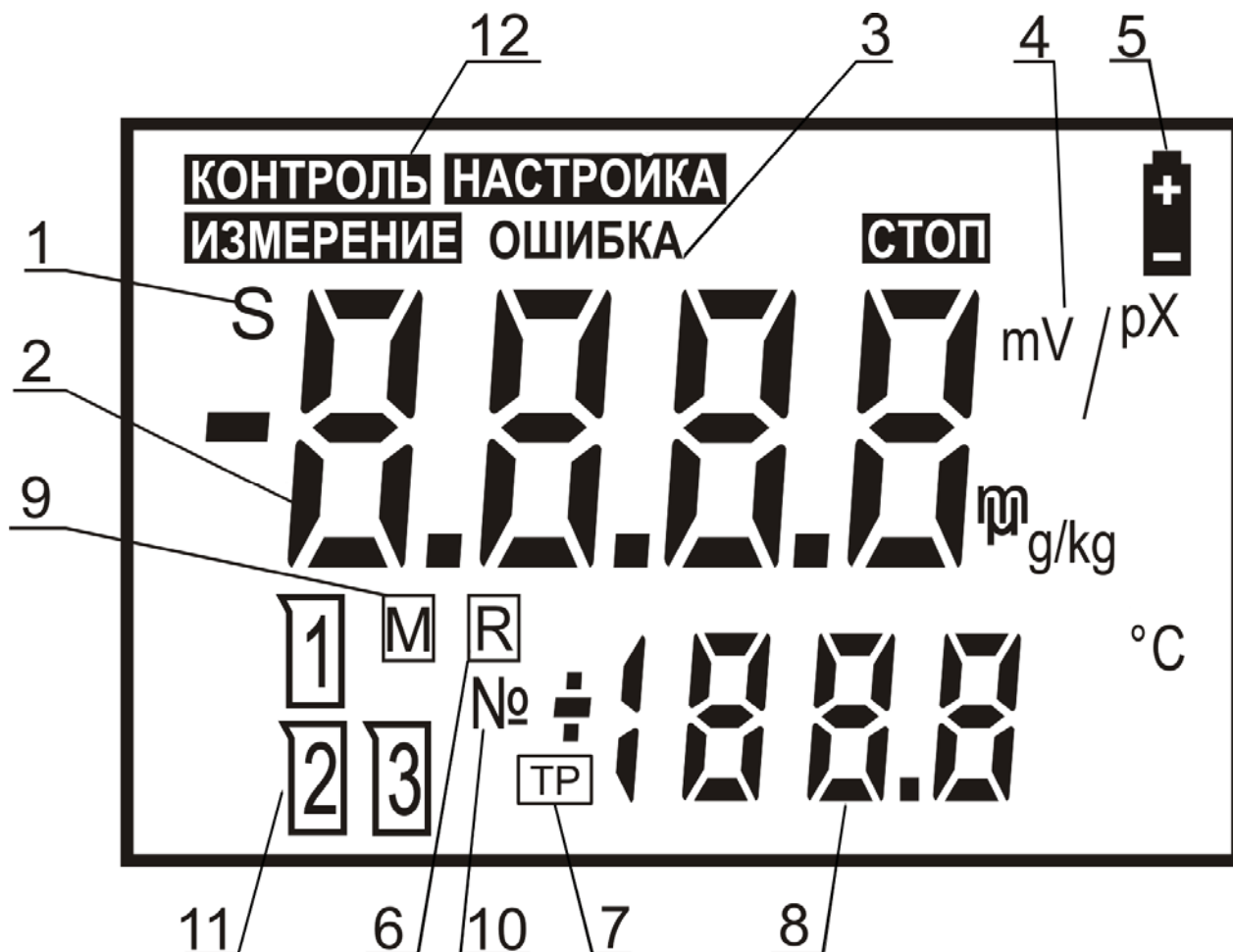


- 1 Гнездо «**6V...14V**» - для подключения блока сетевого питания;
- 2 Разъем «**СРАВН.**» - для подключения электрода сравнения;
- 3 Разъем «**ИЗМ.**» - для подключения измерительного электрода;
- 4 Разъем «**ТД**» - для подключения термодатчика;
- 5 Жидкокристаллический дисплей;
- 6 Панель управления;
- 7 Крышка отсека элементов батареи автономного источника питания.

Рисунок 4 - Преобразователь рХ-150.1МИ

На лицевой панели расположены жидкокристаллический дисплей и панель управления. Разъемы для подключения внешних электрических соединений расположены с торца преобразователя в верхней его части. На задней стенке преобразователя находится отсек автономного источника питания.

1.2.5 Расположение знаков и цифровых полей на жидкокристаллическом дисплее показано на рисунке 5.



- 1 Символ обозначения крутизны электродной системы;
- 2 Основное цифровое поле измеряемых величин;
- 3 Знак автоматической диагностики прибора;
- 4 Символы единиц измерения;
- 5 Знак разряда батареи питания;
- 6 Знак извлечения из памяти;
- 7 Знак ручного ввода значения температуры;
- 8 Вспомогательное цифровое поле температуры раствора;
- 9 Знак записи в память;
- 10 Символ номера ячейки памяти или канала измерения;
- 11 Знаки номера градуировочного раствора;
- 12 Зона режимов работы.

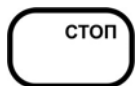
Рисунок 5 - Многофункциональный дисплей

1.2.6 Панель управления.

На панели управления расположены семь кнопок, служащих для управления прибором.



Включение/выключение прибора.



Временная остановка процесса измерения с удержанием на дисплее текущего результата.



Выбор режима работы прибора (измерение / градуировка / контроль).



Выбор единиц измерения в режиме измерения.
Выбор разряда изменяемого числа или знака при редактировании (изменении) числовых значений.



Подтверждение ввода данных, выбранного режима, знака или числового значения.



Увеличение числа или изменение знака при редактировании числовых значений.

Извлечение содержимого ячеек блокнота на дисплей.



Уменьшение числа или изменение знака при редактировании числовых значений.

Перевод прибора в состояние готовности к сохранению результата измерения в выбранной ячейке блокнота.

Использование органов управления прибора в разных режимах работы подробно описывается в последующих разделах.

2 УКАЗАНИЕ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

К работе с прибором допускается персонал, изучивший настоящее руководство, действующие правила эксплуатации электроустановок и правила работы с химическими реактивами.

Во время профилактических работ и ремонта прибора необходимо блок сетевого питания отключить от сети.



Не допускается эксплуатация прибора:

- при параметрах питающего напряжения не соответствующих приведенным в пункте 2.10 ГРБА.414318.002-01ФО;
- эксплуатация прибора при превышении параметров контролируемой среды значений, соответствующих предельным условиям работы прибора и при наличии в контролируемой среде веществ, склонных к образованию стойких отложений на электродах.

При работе с прибором следует оберегать преобразователь и электроды от ударов, поскольку многие детали в их конструкции изготовлены из хрупких материалов.

3 ПОДГОТОВКА ПРИБОРА К РАБОТЕ

3.1 Распаковка

При получении прибора следует вскрыть упаковку, проверить комплектность и убедиться в сохранности упакованных изделий.

Распакованный прибор следует выдержать при температуре (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 % в течение не менее 8 часов.

3.2 Подготовка электродов к работе

Подготовка электродов к работе производится в соответствии с рекомендациями, изложенными в паспортах на электроды.

3.3 Подготовка источников питания

Питание прибора осуществляется от сети через блок сетевого питания или от автономного источника - четырех элементов типа А316 напряжением 1,5 В.

Для установки элементов батареи автономного источника питания необходимо:

- вскрыть крышку 7 отсека на задней панели прибора (рисунок 1), для чего отвернуть винт крепления крышки отсека;
- соблюдая полярность, установить элементы в отсек;
- закрыть крышку отсека.

Для работы прибора от блока сетевого питания:

- вставить вилку блока сетевого питания в разъем 1 (рисунок 1);
- подключить блок сетевого питания к сети переменного тока с номинальным напряжением 220 В.

При подключении блока сетевого питания автономное питание автоматически отключается.

3.4 Подготовка прибора

Измерительный электрод (ЭЛИС-121NO₃) и электрод сравнения (ЭСр-10103/3,5) следует закрепить в штативе и подключить их соответственно к гнездам «ИЗМ» и «СРАВН.» преобразователя.

Термодатчик закрепить в штативе и подключить к гнезду «ТД».



Термодатчик, в обоснованных случаях (например, при его неисправности) можно не подключать к прибору. Температура в этом случае вводится вручную.

4 РАБОТА С ПРИБОРОМ

4.1 Включение и выключение прибора

Для включения прибора нажать кнопку включения прибора и удерживать ее в течение 1-2 сек.



При включении на дисплее временно высвечивается номер версии программного обеспечения прибора, например «v1.01», после чего прибор переходит в режим измерений в тех единицах, которые были установлены при предыдущем его выключении.



В поле режимов работы на дисплее высвечивается знак «ИЗМЕРЕНИЕ». На основном цифровом поле дисплея отображаются результаты текущего измерения*.



Если питание прибора осуществляется от автономного источника, следует проверить состояние знака разряда батареи. Если он горит (показано на рисунке), то элементы питания следует заменить (3.3).



Для выключения прибора следует нажать ту же кнопку



* Здесь и далее на рисунках, поясняющих порядок работы с прибором, приведены случайные показания на дисплее, в реальных условиях они могут быть другими.

4.2 Режимы работы прибора

Прибор имеет следующие режимы работы:

- «**ИЗМЕРЕНИЕ**» - основной режим работы;
- «**НАСТРОЙКА**» - градуировка прибора (совокупность операций по доведению погрешности комплекта прибора до нормируемых значений).
- «**КОНТРОЛЬ**» - режим предназначен для:
 - 1) контроля крутизны электродной системы, полученной при градуировке прибора;
 - 2) просмотра значений cX_3 (массовой доли нитрат - ионов при $pX = 3,00$) на всех каналах измерения прибора;
 - 3) редактирования значения cX_3 (массовой доли нитрат-ионов при $pX = 3,00$) на нулевом канале прибора.

Переключение режимов работы прибора осуществляется кнопкой **ВЫБОР**.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Измерение температуры растворов

Температура растворов высвечивается во вспомогательном цифровом поле 8 (рис.5) в режимах измерения pX и ЭДС электродной системы. Если термодатчик подключен к прибору, то выводится измеренное значение температуры, если нет, то установленное при градуировке. В последнем случае на дисплее также высвечивается знак «**TP**» (позиция 7 рисунок 5).

Измерение температуры носит вспомогательный характер и используется только для:

- оценки состояния электродной системы и качества проведения градуировки (по значению крутизны электродной системы S);
- контроля температуры раствора в режиме измерений (температура анализируемого раствора не должна отличаться от температуры контрольных растворов, использовавшихся при градуировке более чем на ± 2 °C);
- контроля температуры растворов при градуировке электродной системы (температура контрольных растворов не должна различаться более чем на ± 2 °C).

5.2 Измерение показателя активности (рХ) нитрат-ионов



Для получения результатов измерений с нормируемым значением погрешности необходимо провести градуировку прибора в соответствии с разделом 7.

После включения прибора автоматически устанавливается режим «ИЗМЕРЕНИЕ». В поле режимов работы на дисплее высвечивается знак «ИЗМЕРЕНИЕ». Единицы измерения и температура (при ручной установке температуры) индицируются те, которые были перед последним выключением.



Для измерения значений рХ установить кнопкой **ВЫБОР** единицы измерения «рХ».



Характеристики электродной системы зависят от температуры анализируемой среды. Это влияние не может быть автоматически учтено прибором (т.е. термокомпенсация при измерениях рХ и сХ не осуществляется), поэтому для предотвращения возникновения дополнительной погрешности температура анализируемого раствора должна отличаться от температуры контрольных (6.2, 6.3). Если разница температур превышает 2 °С, то прибор выдает сообщение об ошибке. При этом раздается звуковой сигнал, на дисплее высвечивается сообщение «Ошибка», а в правой нижней части дисплея мигает символ «°С». (пункт 11 таблица 1).

Промыть электроды и термодатчик или термометр дистиллированной водой и (желательно) отобранной частью анализируемого раствора, осушить их фильтровальной бумагой и погрузить в анализируемый раствор. При использовании термодатчика глубина его погружения в раствор должна быть не менее 30 мм.

После установления стабильных показаний считать результат измерения с дисплея. Обычно время установления показаний не превышает 3 мин с момента погружения датчиков в анализируемую среду.



Периодически необходимо проверять правильность градуировки прибора по градуировочному раствору в соответствии с разделом 7. В начале эксплуатации прибора или новых электродов проверку рекомендуется производить каждый день, так как характеристики электродов могут измениться. При последующей работе прибора проверка должна производиться не реже одного раза в неделю.

5.3 Измерение ЭДС электродной системы



Измерение ЭДС электродной системы носит вспомогательный характер и используется только для:

- контроля состояния электродной системы;
- построения градуировочных графиков (6.8).

После включения прибора автоматически устанавливается режим «ИЗМЕРЕНИЕ». В поле режимов работы на дисплее высвечивается знак «ИЗМЕРЕНИЕ».



Для перехода в режим измерения ЭДС следует установить кнопкой **ВЫБОР** единицы измерения «mV». При этом в правой части дисплея высвечивается символ «mV».



5.4 Измерение массовой доли (сХ) нитрат-ионов (или нитратного азота)

Для перехода в режим измерения сХ следует установить кнопкой **ВЫБОР** единицы измерения «g/kg» (или «g/l»). При проведении измерений размерности «g/kg», «mg/kg» или «µg/kg» переключаются автоматически.





Для получения результатов измерений с нормируемым значением погрешности необходимо провести градуировку прибора в соответствии с разделом 7.



Температура анализируемого раствора не должна отличаться более чем на 2 °С от температуры, при которой была произведена градуировка.



Расчет массовой доли и концентрации (сХ) нитрат-ионов проводится по формуле (5).

Прибор имеет 21 канал для выполнения такого пересчета. При этом на каналах №№ 1 - 20 предустановлены значения сХ₃, соответствующие методикам действующих нормативных документов. На канале № 0 пользователь может задать необходимое значение сХ₃ самостоятельно. Перечень нормативных документов, объектов анализа и номер соответствующего им канала приведен в приложении А.

Промыть электроды и другие применяемые устройства (термодатчик или термометр) дистиллированной водой, и (желательно) отобранной частью анализируемого раствора, капли удалить фильтровальной бумагой и погрузить в анализируемый раствор. При использовании термодатчика глубина его погружения в анализируемый раствор должна быть не менее 30 мм. После установления стабильных показаний считать результат измерения с дисплея. Обычно время установления показаний не превышают 3 мин с момента погружения датчиков в анализируемую среду.

На дисплее прибора отображается рассчитанное значение сХ и номер канала. Номер канала высвечивается во вспомогательном поле 8 (рисунок 5). Для его изменения используются кнопки ∇ и \blacktriangle .



Переключение каналов возможно только в режиме измерения массовой доли (сХ) нитрат-ионов.



Периодически необходимо проверять правильность градуировки прибора по контрольному раствору в соответствии с разделом 7. Проверку рекомендуется производить не реже одного раза в день.

Далее в разделе 6 подробно изложен порядок измерения сХ в различных объектах анализа.

6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ В РАЗЛИЧНЫХ ОБЪЕКТАХ

6.1 Определение нитратов в продукции растениеводства

6.1.1 Определение нитратов в продукции растениеводства производится в соответствии с методическими указаниями МУ 5048-89 (Приложение А).

6.1.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, из приведенных в приложении Б, вариант Б.1.

6.1.3 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.1.4 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.1.5 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки √ и ∧.

6.1.6 Отбор и подготовка проб производится согласно разделу 1 МУ 5048-89

6.1.7 Методические указания регламентируют два варианта анализа: анализ вытяжки (основной) и анализ сока (облегченный). Последний вариант не применяется в отношении зеленых культур.

6.1.8 Анализ вытяжки (кроме вытяжки из капусты) производится в следующем порядке:

- пробу измельчить;
- взять навеску 10 г измельченной пробы с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- поместить навеску в стакан гомогенизатора или технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см³ экстрагирующего раствора (№ 1) (Приложение Б);
- гомогенизировать;
- полученную суспензию налить в стаканчик, поместить в нее электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.1.9 Анализ вытяжки из капусты производится в следующем порядке:

- пробу измельчить;
- взять навеску 10 г измельченной пробы с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- поместить навеску в стакан гомогенизатора или технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см³ экстрагирующего раствора (№ 2) (Приложение Б);
- добавить по каплям при перемешивании 30 % раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора (2 - 3 капли);

- гомогенизировать;
- полученную суспензию налить в стаканчик, поместить в нее электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.1.10 Анализ сока (кроме сока из капусты) производить в следующем порядке:

- получить при помощи соковыжималки сок из подготовленного материала;
- отобрать при помощи пипетки 10 см^3 сока и поместить его в стакан вместимостью 100 см^3 ;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1) и перемешать;
- поместить в полученный раствор электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.1.11 Анализ сока из капусты производить в следующем порядке:

- получить при помощи соковыжималки сок из подготовленного материала;
- отобрать при помощи пипетки 10 см^3 сока и поместить его в стакан вместимостью 100 см^3 ;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 2) (Приложение Б) и перемешать;
- добавить по каплям при перемешивании 30% раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора (2-3 капли);
- поместить в полученный раствор электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.2 Определение нитратов в продуктах переработки плодов и овощей

6.2.1 Определение нитратов в продуктах переработки плодов и овощей производится в соответствии с ГОСТ 29270-95.

6.2.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, из приведенных в приложении Б, вариант Б.1.

6.2.3 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.2.4 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.2.5 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки \vee и \wedge .

6.2.6 Отбор проб осуществляется по ГОСТ 26313, ГОСТ 27853, ГОСТ 28741, ГОСТ 13341, ГОСТ 1750 и нормативной документации на быстрозамороженную продукцию.

6.2.7 Подготовка проб производится согласно ГОСТ 26671, ГОСТ 28741, ГОСТ 13341, ГОСТ 1750.

6.2.8 Анализ продуктов (кроме продуктов, содержащих овощи семейства крестоцветных) проводить в следующем порядке:

- взять навеску 10 г подготовленной пробы с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- поместить навеску в плоскодонную или коническую колбу;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1);
- закрыть колбу пробкой и встряхивать в течение 5 минут;
- полученный раствор налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.2.9 Анализ продуктов, содержащих овощи семейства крестоцветных, проводить в следующем порядке:

- взять навеску 10 г подготовленной пробы с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- поместить навеску в плоскодонную или коническую колбу;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 2) (Приложение Б);
- закрыть колбу пробкой и встряхивать в течение 5 минут;
- добавить по каплям при перемешивании 30 % раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора (2-3 капли);
- полученный раствор налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.2.10 Анализ сушеных овощей или фруктов проводить в следующем порядке:

- взять навеску 10 г подготовленной пробы с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- поместить навеску в плоскодонную или коническую колбу;
- добавить туда же 100 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1);
- нагреть на водяной бани (около 5 мин.);
- охладить и встряхивать в течение 5 мин;
- полученный раствор налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.2.11 Анализ соков, напитков, коктейлей проводить в следующем порядке:

- взять навеску 100 г анализируемого продукта с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- поместить навеску в плоскодонную или коническую колбу;

- взять навеску 1 г алюмокалиевых квасцов ($KAl(SO_4)_2$) с погрешностью не более $\pm 0,001$ г и добавить ее в ту же колбу;
- закрыть колбу пробкой и встряхивая ее добиться полного растворения соли;
- полученный раствор налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.3 Определение нитратов в растительных кормах

6.3.1 Определение нитратов в кормах, комбикормах и кормовом сырье производится в соответствии с ГОСТ 13496.19-93.

6.3.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, из приведенных в приложении Б, вариант Б.1.

6.3.3 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.3.4 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.3.5 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки \vee и \wedge .

6.3.6 Отбор проб осуществляется по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

6.3.7 Подготовка проб производится согласно указаниям раздела 2.2.1 ГОСТ 13496.19.

6.3.8 Анализ экстрактов сухих проб проводят в следующем порядке:

- взять навеску 1 г подготовленной пробы (для проб с высоким содержанием нитратов) или 5 г (для проб со средним и низким содержанием нитратов) с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- поместить навеску в технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1) (Приложение Б);
- закрыть емкость пробкой или крышкой и перемешивать в течение 3 мин;
- полученную суспензию налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.3.9 Анализ экстрактов свежих проб (кроме семейства капустных) проводить в следующем порядке:

- взять навеску 10 г подготовленной пробы с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- поместить навеску в технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1) (Приложение Б);
- гомогенизировать;

- полученную суспензию налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.3.10 Анализ экстрактов свежих проб семейства капустных проводить в следующем порядке:

- взять навеску 10 г подготовленной пробы с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- поместить навеску в технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см³ экстрагирующего раствора (№ 2) (Приложение Б);
- гомогенизировать;
- добавить по каплям при перемешивании 30 % раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора (2-3 капли);
- полученную суспензию налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.3.11 Анализ сока, полученного из сочных кормов (кроме содержащих растения семейства капустных), проводить в следующем порядке:

- получить при помощи соковыжималки сок из подготовленного материала;
- отобрать при помощи пипетки 10 мл сока и поместить его в технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см³ экстрагирующего раствора (№ 1) (Приложение Б);
- и перемешать;
- поместить в полученный раствор электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.3.12 Анализ сока полученного из сочных кормов, содержащих растения семейства капустных, проводить в следующем порядке:

- получить при помощи соковыжималки сок из подготовленного материала;
- отобрать при помощи пипетки 10 мл сока и поместить его в технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см³ экстрагирующего раствора (№ 2) (Приложение Б);
- и перемешать;
- поместить в полученный раствор электроды и термодатчик (или термометр);
- произвести измерения.

6.4 Определение нитратного азота в тепличных грунтах

6.4.1 Определение нитратного азота в тепличных грунтах производится в соответствии с ГОСТ 27753.7-88.

6.4.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, из приведенных в приложении Б, вариант Б3.

6.4.3 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.4.4 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.4.5 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки \vee и \wedge .

6.4.6 Отбор проб осуществляется по ГОСТ 27753.1.

6.4.7 Подготовка проб производится согласно ГОСТ 27753.2.

6.4.8 Анализ проводить в следующем порядке:

- взять навеску 30 г или 15 г подготовленной пробы с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- поместить навеску в технологическую емкость;
- добавить туда же 150 см^3 дистиллированной воды;
- перемешивать в течение 15 мин;
- полученную суспензию отфильтровать, при этом отбросить первую порцию фильтрата (10 см^3);
- налить в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

Примечание - Рекомендуется определение нитратного азота в тепличных грунтах производить по методике, изложенной в пункте 6.5. Методика, приведенная в ГОСТ 26951 более корректна с точки зрения приемов, принятых в аналитической химии.

6.5 Определение нитратного азота в почвах

6.5.1 Определение нитратного азота в почвах производится в соответствии с ГОСТ 26951-86.

6.5.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, приведенных в приложении Б, вариант Б.1.

6.5.3 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.5.4 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.5.5 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки \vee и \wedge .

6.5.6 Отбор и подготовка проб осуществляется по 1 ГОСТ 26951.

6.5.7 Анализ проводить в следующем порядке:

- взять навеску 20 г пробы почвы с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- поместить навеску в технологическую емкость;
- добавить туда же 50 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1);
- перемешивать в течение 3 мин;
- налить полученную суспензию в стаканчик, поместить в нее электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.6 Определение нитратного азота в торфе и продуктах его переработки

6.6.1 Определение нитратного азота в торфе производится в соответствии с ГОСТ 27894.4-88.

6.6.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, приведенных в приложении Б, вариант Б.1.

6.6.3 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.6.4 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.6.5 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки \vee и \wedge .

6.6.6 Отбор и подготовка проб осуществляется по ГОСТ 27894.4.

6.6.7 Анализ проводят в следующем порядке:

- от подготовленного для анализа образца торфяной продукции взвесить 10,0 г с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- поместить навеску в технологическую емкость;
- добавить туда же 100 см^3 экстрагирующего раствора (№ 1) (Приложение Б);
- образец взбалтывать на ротаторе 15 мин или оставить на ночь;
- отфильтровать;
- налить полученную суспензию в стаканчик, поместить в нее электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.7 Определение нитратов в минеральных водах

6.7.1 Определение нитратов в минеральных водах производится в соответствии с ГОСТ 23268.9-78.

6.7.2 Измерения должны проводиться после градуировки прибора (7). Для градуировки используются любые три градуировочных раствора, приведенных в приложении Б, вариант Б.2.

6.7.3 Для градуировки прибора следует отобрать при помощи пипетки 25 мл каждого применяемого градуировочного раствора (вариант Б.1, приложение Б) и перенести в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 мл. Затем довести объем раствора до 50 см³ фоновым раствором № 1 (Приложение Б), закрыть мерный цилиндр пробкой, тщательно перемешать его содержимое и перелить раствор в стаканчик.

6.7.4 На результат измерения влияют ионная сила раствора и присутствующие в воде хлорид-ионы в количестве более 500 мг/дм³. Влияние хлорид-ионов при их массовой концентрации от 500 до 2000 мг/дм³ можно устранить введением в градуировочные растворы хлористого натрия в количестве, равном его массовой концентрации в исследуемой воде.

Массовую концентрацию хлорид-ионов в воде определяют по ГОСТ 23268.17-78.

При градуировке прибора для определения нитратов в минеральных водах с массовой концентрацией хлорид-ионов от 500 до 2000 мг/дм³ каждый применяемый градуировочный раствор следует разбавлять фоновым раствором № 2 (Приложение Б), аналогично пункту 6.7.3.

6.7.5 Перед началом измерений рекомендуется проверить правильность градуировки прибора согласно указаниям раздела 8.

6.7.6 Нажимая кнопку **ВЫБОР** установить единицы измерения «g/kg» (5.4).

6.7.7 Выбрать в приложении А номер канала в соответствии с объектом анализа и установить его, используя кнопки √ и ∟.

6.7.8 Отбор проб осуществляется по 2 ГОСТ 23268.0.

6.7.9 Анализ вод с содержанием хлоридов менее 500 мг/дм³ проводить в следующем порядке:

- отобрать при помощи пипетки 25 см³ исследуемой воды и перенести в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 мл;
- довести объем раствора до 50 см³ фоновым раствором № 1 (вариант Б.2, приложение Б);
- закрыть мерный цилиндр пробкой и тщательно перемешать его содержимое;
- перелить раствор в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.7.10 Анализ вод с содержанием хлоридов 500...2000 мг/дм³ проводить в следующем порядке:

- отобрать при помощи пипетки 25 см³ исследуемой воды и перенести в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 см³;
- довести объем раствора до 50 см³ дистиллированной водой;
- закрыть мерный цилиндр пробкой и тщательно перемешать его содержимое;
- перелить раствор в стаканчик, поместить в него электроды и термодатчик (или термометр) и произвести измерения.

6.7.11 Анализ вод с содержанием хлоридов более 2000 мг/дм³ выполняется по 4.13.10 после соответствующего разбавления дистиллированной водой до массовой концентрации в ней хлорид-ионов не более 2000 мг/дм³. При окончательном расчете концентрации нитратов разбавление должно быть учтено.

6.8 Определение нитратов в других объектах

Определение нитратов в объектах не перечисленных в приложении А должно осуществляться согласно методике, приведенной в соответствующих нормативных документах, на нулевом канале измерения.

Для этого в режиме «**КОНТРОЛЬ**» на нулевом канале измерения следует установить значение массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 для выбранного метода измерений.

7 ГРАДУИРОВКА ПРИБОРА

7.1 Градуировка прибора производится периодически, а так же в следующих случаях:

- при замене и (или) перезарядке электродов;
- при получении прибора из ремонта или после длительного хранения;
- при возникновении сомнений в достоверности результатов измерений;
- при периодическом контроле;
- если в режиме «**ИЗМЕРЕНИЕ**» температура анализируемого раствора отличается от температуры растворов, использовавшихся при градуировке более чем на $\pm 2,0$ °С).



Во избежание потери градуировочных данных, введенных в память преобразователя, не рекомендуется без необходимости входить в режим «НАСТРОЙКА».

7.2



Градуировка прибора может осуществляться по 1, 2 или 3-м градуировочным растворам. Градуировочные растворы приготавливаются согласно приложению Б.

Следует иметь в виду, что при многократном использовании одной и той же порции раствора, может произойти изменение его концентрации за счет внесения случайных примесей. Поэтому повторное использование градуировочных растворов не рекомендуется.

Не следует производить градуировку приборов по растворам, приготовленным из случайных реактивов неизвестной квалификации, так как при этом возможны значительные ошибки в составе приготовленных растворов.

При выборе градуировочных растворов следует придерживаться такого принципа, чтобы концентрация анализируемых растворов оказалась внутри охваченного ими диапазона. В большинстве случаев в качестве градуировочных растворов рекомендуется использовать растворы 2, 3 и 4 по таблице Б.1, приложение Б.



Разница показателя активности ионов NO_3 у градуировочных растворов должна быть не менее 0,3 рХ. Температура применяемых при градуировке прибора растворов должна быть одинаковой и близкой к температуре анализируемых растворов (± 2 °С). При использовании растворов имеющих температуру окружающей среды рекомендуется выдерживать их при комнатной температуре не менее часа. Растворы с другой температурой рекомендуется термостатировать.



Градуировочные растворы следует применять в порядке возрастания их концентрации.

7.3

Нажимая на кнопку **РЕЖИМ**, выбрать режим «**НАСТРОЙКА**». При этом знак «**НАСТРОЙКА**» на дисплее начинает мигать, а на основном и дополнительном цифровом поле дисплея сохраняется индикация результатов текущего измерения.



Для предотвращения случайного запуска режима «**НАСТРОЙКА**» вход в него происходит только после нажатия кнопки **ВВОД**. Если кнопка **ВВОД** не была нажата в течение 5 - 7 секунд, прибор возвращается в режим «**ИЗМЕРЕНИЕ**». Во избежание потери градуировочных характеристик, введенных в память преобразователя, не рекомендуется без необходимости входить в режим «**НАСТРОЙКА**».

7.4

Нажать кнопку **ВВОД**. После этого знак «**НАСТРОЙКА**» прекращает мигать и индицируется непрерывно. На дисплее мигает значок, изображающий стаканчик с цифрой «1», приглашая поместить электродную систему и термодатчик (или термометр) в первый градуировочный раствор.



При необходимости градуировка может быть прервана на любом этапе (раздел 7), нажатием кнопки РЕЖИМ. Если это происходит до того, как введено значение рХ текущего градуировочного раствора, то в память прибора заносятся только те данные, которые получены при градуировке по предыдущим растворам. Если градуировка прерывается до введения значения рХ первого градуировочного раствора (7.3 – 7.7), то сделанные изменения в память прибора не записываются, а сохраняются параметры предыдущей градуировки.

Промыть электродную систему и термодатчик (если он применяется) или термометр дистиллированной водой и (желательно) отобранной частью градуировочного раствора, осушить фильтровальной бумагой, поместить их в первый градуировочный раствор и нажать кнопку **ВВОД**.

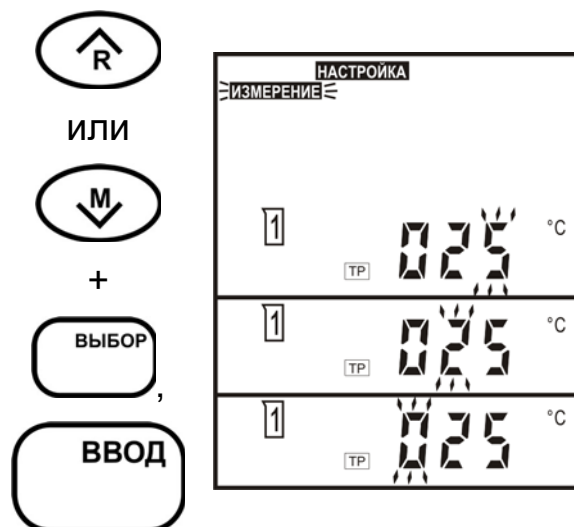


7.5



Если термодатчик не подключен, то прибор предложит ввести текущую температуру раствора вручную.

На дисплее прибора отображается ранее установленная температура раствора. Младший разряд температуры мигает. Мигающий знак «**ИЗМЕРЕНИЕ**», сигнализирует о том, что требуется измерить термометром температуру раствора и установить ее значение на дисплее. Для редактирования значения температуры используются кнопки ∇ , \blacktriangle и **ВЫБОР**. Изменить можно ту цифру или знак, который мигает в данный момент на дисплее. Выбор разряда осуществляется кнопкой **ВЫБОР**, а увеличение или уменьшение цифры – кнопками ∇ , \blacktriangle . После завершения редактирования температуры нажать кнопку **ВВОД**, при этом установленное значение будет занесено в память прибора.



Если термодатчик к прибору подключен, то операции по вводу значения температуры автоматически пропускаются.

7.6

Прибор переходит к измерению ЭДС электродной системы, о чем сигнализирует мигающий знак «**ИЗМЕРЕНИЕ**». На дисплее прибора отображается измеренное значение ЭДС электродной системы в первом градуировочном растворе, а также температура раствора.

Установление стабильного значения ЭДС электродной системы прибор определяет автоматически, при этом раздается звуковой сигнал и прекращается мигание знака «**ИЗМЕРЕНИЕ**».



Пользователь сам может определить момент установления стабильных показаний ЭДС и нажать кнопку ВВОД до того, как это делает прибор.

7.7

На дисплее прибора отображается значение рХ первого градуировочного раствора, использовавшегося при последней градуировке (в первый раз – установленное производителем прибора). Мигающий младший разряд указывает на возможность редактирования.

Если используется раствор с другим рХ, то выведенное на дисплей значение нужно изменить.

Изменять можно ту цифру, которая мигает в данный момент на дисплее. Выбор разряда осуществляется кнопкой **ВЫБОР**, а увеличение или уменьшение цифры кнопками ∇ , \blacktriangle .



ИЛИ



+

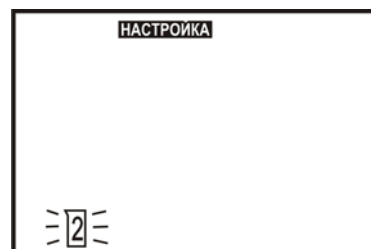


Для записи значения рХ первого градуировочного раствора в память прибора следует нажать кнопку **ВВОД**.



7.8

При продолжении градуировки прибор предложит перейти к градуировке по второму раствору. На дисплее мигает значок, изображающий стаканчик с цифрой «2», приглашая поместить электродную систему и термодатчик (или термометр) во второй градуировочный раствор.



При градуировке по одному раствору следует выбрать такой раствор, концентрация которого наиболее близка к предполагаемой концентрации анализируемых растворов.



Следует учитывать, что градуировка по одному раствору не может обеспечить высокой точности измерений во всем диапазоне измерения прибора. Такая градуировка обычно применяется, если последующие измерения проводятся в узкой области (не более $\pm 0,5$ рХ от значения рХ использованного градуировочного раствора). Для проведения измерений в более широком диапазоне рекомендуется выполнить градуировку по второму градуировочному раствору.

7.9

Для продолжения градуировки промыть электродную систему и термодатчик (термометр) дистиллированной водой и (желательно) отобранной частью градуировочного раствора, осушить фильтровальной бумагой и поместить их во второй градуировочный раствор и нажать кнопку **ВВОД**.



Температура второго градуировочного раствора не должна отличаться от температуры первого более чем на ± 2 °С.

Прибор переходит к измерению ЭДС электродной системы, о чем сигнализирует мигающий знак «**ИЗМЕРЕНИЕ**». На дисплее прибора отображается измеренное значение ЭДС электродной системы во втором градуировочном растворе, а также температура раствора.

Установление стабильного значения ЭДС электродной системы прибор определяет автоматически, при этом раздается звуковой сигнал и прекращается мигание знака «**ИЗМЕРЕНИЕ**».



*Пользователь сам может определить момент установления стабильных показаний ЭДС и нажать кнопку **ВВОД** до того, как это делает прибор.*



Если термодатчик к прибору не подключен, на дисплей выводится установленное вручную значение температуры первого градуировочного раствора. Изменение значения температуры на этом этапе не возможно.



Если термодатчик к прибору подключен и значение температуры второго градуировочного раствора отличается от температуры первого более чем на ± 2 °С, на дисплей выводится сообщения об ошибке (пункт 5 таблица 1). Продолжение градуировки возможно, только после приведения температуры второго раствора в соответствие с температурой первого.



На этом этапе возможен вывод сообщения об ошибке, возникшей при измерении потенциала электродной системы во втором растворе (пункт 6 таблица 1).

На дисплее прибора отображается значение рХ второго градуировочного раствора, использовавшегося при последней градуировке (в первый раз – установленное производителем прибора). Мигающий младший разряд указывает на возможность редактирования. Если используется раствор с другим рХ, то выведенное на дисплей значение следует изменить (7.7).

Изменять можно ту цифру, которая мигает в данный момент на дисплее. Выбор разряда осуществляется кнопкой **ВЫБОР**, а увеличение или уменьшение цифры кнопками \uparrow , \downarrow .



ИЛИ



+



Для занесения значения рХ второго градуировочного раствора в память прибора следует нажать кнопку **ВВОД**.



На дисплей выводится рассчитанное значение крутизны электродной системы для первой пары растворов (в процентах от теоретического значения).



На этом этапе возможен вывод сообщения об ошибке при записи значения рХ второго градуировочного раствора или ошибочности расчета значения крутизны электродной системы (пункты 8, 10 таблица 1).

7.10

При продолжении градуировки прибор предложит перейти к градуировке по третьему раствору. На дисплее мигает значок, изображающий стаканчик с цифрой «3», приглашая поместить электродную систему и термодатчик (или термометр) в третий градуировочный раствор.





При проведении измерений в широком диапазоне, близком к диапазону измерения прибора рекомендуется выполнение градуировки по трем градуировочным растворам.

7.11

Для продолжения градуировки промыть электродную систему и термодатчик (термометр) дистиллированной водой и (желательно) отобранной частью градуировочного раствора, осушить фильтровальной бумагой и поместить их в третий градуировочный раствор и нажать кнопку **ВВОД**.



Температура третьего градуировочного раствора не должна отличаться от температуры первого более чем на ± 2 °C.

Прибор переходит к измерению ЭДС электродной системы, о чем сигнализирует мигающий знак «ИЗМЕРЕНИЕ». На дисплее прибора отображается измеренное значение ЭДС электродной системы в третьем градуировочном растворе, а также температура раствора. Установление стабильного значения ЭДС электродной системы прибор определяет автоматически, при этом раздается звуковой сигнал и прекращается мигание знака «ИЗМЕРЕНИЕ».



Пользователь сам может определить момент установления стабильных показаний ЭДС и нажать кнопку ВВОД до того, как это делает прибор.



Если термодатчик к прибору не подключен, на дисплей выводится установленное вручную значение температуры первого градуировочного раствора. Изменение значения температуры на этом этапе невозможно.



Если термодатчик к прибору подключен, и значение температуры третьего градуировочного раствора отличается от температуры первого более чем на ± 2 °C, на дисплей выводится сообщения об ошибке (п.5 таблица 1). Продолжение градуировки возможно, только после приведения температуры третьего раствора в соответствие с температурой первого.



На этом этапе также возможен вывод сообщения об ошибке, возникшей при измерении потенциала электродной системы в третьем растворе (пункт 9 таблица 1).

На дисплее прибора отображается значение рХ третьего градуировочного раствора, использовавшегося при последней градуировке (в первый раз – установленное производителем прибора). Мигающий младший разряд указывает на возможность редактирования. Если используется раствор с другим рХ, то выведенное на дисплей значение следует изменить (7.7).

Изменять можно ту цифру, которая мигает в данный момент на дисплее. Выбор разряда осуществляется кнопкой **ВЫБОР**, а увеличение или уменьшение цифры кнопками \uparrow , \downarrow .



или



+



Для занесения значения рХ третьего градуировочного раствора в память прибора следует нажать кнопку **ВВОД**.



На дисплей выводится рассчитанное значение крутизны электродной системы для второй пары растворов (в процентах от теоретического значения).



На этом этапе возможен вывод сообщения об ошибке при расчете значения рХ третьего градуировочного раствора или ошибочности расчета значения крутизны электродной системы (пункты 9-10 таблица 1).

8 КОНТРОЛЬ ПРАВИЛЬНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ГРАДУИРОВКИ

Проверка правильности проведения градуировки производится в режиме «ИЗМЕРЕНИЕ».

Промыть электродную систему, а также другие применяемые устройства (например, термодатчик или термометр) дистиллированной водой и затем (желательно) отобранной частью раствора, в котором будут производиться измерения; осушить фильтровальной бумагой и погрузить их в раствор с известным значением рХ, концентрация которого находится внутри диапазона градуировки (например, при выполнении измерений по методике ГОСТ 29270-95 может использоваться раствор 7 по таблице Б.1, приложение Б).

После установления стабильных показаний считать результат измерения с дисплея.

Если погрешность измерения рХ проверочного раствора превышает $\pm 0,05$, следует проверить градуировочные растворы и провести повторную градуировку.

9 РЕЖИМ КОНТРОЛЯ И УСТАНОВКИ ЗНАЧЕНИЯ sX_3 НА НУЛЕВОМ КАНАЛЕ

i При измерениях следует помнить, что для получения результатов с нормируемым значением погрешности параметр крутизны электродной системы (1.1), хранящийся в памяти прибора должен быть в пределах допуска указанного в паспортах на электроды. В случае если этот параметр выходит за пределы допуска необходимо провести градуировку прибора согласно раздела 7.

i Режим контроля и установки предназначен для контроля крутизны электродной системы, контроля значения массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 на всех каналах измерения и дает возможность редактировать это значение на нулевом канале прибора.

9.1 Контроль крутизны электродной системы и значений массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 на каналах измерения

Вход в режим контроля и установки производится из режима измерения.

Нажимая на кнопку **РЕЖИМ**, выбрать режим «**КОНТРОЛЬ**». При этом знак «**КОНТРОЛЬ**» на дисплее начинает мигать, а на основном и дополнительном цифровом поле дисплея сохраняются результаты текущего измерения.





Для предотвращения случайного запуска режима «КОНТРОЛЬ» вход в него происходит только после нажатия кнопки ВВОД. Если кнопка ВВОД не была нажата в течение 5 - 7 сек, прибор возвращается в режим «ИЗМЕРЕНИЕ».

Нажать кнопку **ВВОД**. После этого знак «**КОНТРОЛЬ**» прекращает мигать и индицируется непрерывно. На дисплей выводится крутизна электродной системы S при 25 °С.



Нажать кнопку **ВВОД**. На дисплей выводится значение массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 на нулевом канале прибора.



При последующих нажатиях кнопки **ВВОД** на дисплей последовательно выводятся значения массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 на остальных каналах измерения прибора, после чего прибор автоматически переходит в режим «**ИЗМЕРЕНИЕ**».



Выйти из режима «КОНТРОЛЬ» можно на любом этапе после нажатия кнопки РЕЖИМ.

9.2 Редактирование значения массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 на нулевом канале измерения



Для определения нитратов в объектах, не перечисленных в приложении А (6.8), пользователю предоставляется возможность изменить предустановленное значение массовой доли (концентрации) нитрат - ионов при рХ = 3,00 на нулевом канале измерения прибора.

Для изменения значений массовой доли нитрат - ионов при рХ = 3,00 (сХ₃) на нулевом канале измерения следует при просмотре этого значения в режиме «**КОНТРОЛЬ**» нажать одну из кнопок \vee или \wedge . Изменять можно ту цифру или символ размерности единиц измерения, который мигает в данный момент на дисплее. Для увеличения или уменьшения значения используются кнопки \vee и \wedge , для выбора ряда - кнопка **ВЫБОР**.



ИЛИ



+



Для завершения ввода значения следует нажать кнопку **ВВОД**.



10 ВРЕМЕННАЯ ОСТАНОВКА ПРОЦЕССА ИЗМЕРЕНИЯ

Процесс измерений может быть временно остановлен с удержанием текущего значения на дисплее. Для этого следует в режиме «**ИЗМЕРЕНИЕ**» нажать кнопку **СТОП**.

На дисплее гаснет знак «**ИЗМЕРЕНИЕ**» и загорается знак «**СТОП**». Процесс измерения прекращается, на дисплее выводится результат измерения, полученный в момент нажатия на кнопку **СТОП**.



При нажатии на кнопку **РЕЖИМ** измерение возобновляется.




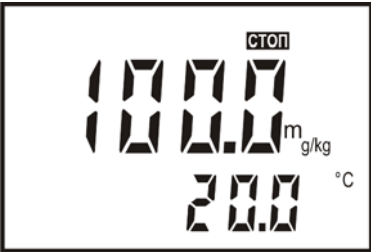

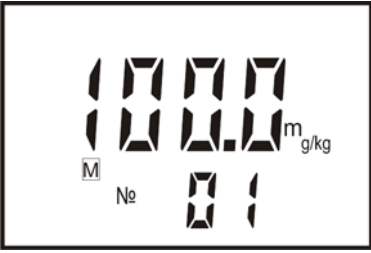


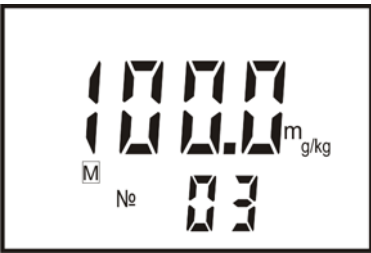


11 РАБОТА С БЛОКНОТОМ

При работе в режиме «ИЗМЕРЕНИЕ» пользователю предоставлена возможность использования электронного блокнота: 30 ячеек оперативной памяти для временного хранения и последующего просмотра результатов измерений.

Информация, записанная в блокнот, сохраняется после выключения прибора и может храниться в течение длительного времени.

Наличие блокнота полезно, например, при проведении серии измерений в полевых условиях с последующей обработкой результатов в лаборатории.

11.1 Порядок сохранения результатов измерений

<p>Для сохранения результатов в режиме «ИЗМЕРЕНИЕ» необходимо кнопкой СТОП остановить процесс измерения (10).</p>		
<p>Нажать кнопку ∇. Готовность прибора к сохранению результата индицируется на дисплее знаком «M». На основном поле дисплея сохраняются результаты последнего измерения, на вспомогательном цифровом поле выводится номер ячейки, следующей за последней заполненной ранее.</p>		
<p>Нажатием кнопок ∇ и \wedge можно выбрать любую другую ячейку блокнота от 1 до 30.</p>	 ИЛИ 	
<p>Для записи результата измерения в выбранную ячейку блокнота следует нажать кнопку «ВВОД». Прибор автоматически переходит в режим «ИЗМЕРЕНИЕ».</p>		



Если ячейка не пуста, то предыдущий результат теряется.

Нажатием кнопки **РЕЖИМ** можно закончить работу с блокнотом без сохранения результатов. Прибор переходит в режим «**ИЗМЕРЕНИЕ**».



11.2 Порядок извлечения результатов измерений

Для извлечения результатов в режиме «**ИЗМЕРЕНИЕ**» необходимо кнопкой **СТОП** остановить процесс измерения (10).



Нажать кнопку \wedge . Прибор переходит в режим чтения, при этом на дисплее индицируется знак «**R**» и номер ячейки, в которую было произведено последнее сохранение. На основном поле дисплея индицируется значение результата измерения сохраненное в этой ячейке.



Нажатием кнопок \wedge и \vee можно выбрать любую другую ячейку блокнота от 1 до 30. На дисплее выводится значение результата измерения, сохраненное в ячейке под выбранным номером.



или



Через несколько секунд номер ячейки гаснет и выводится значение температуры анализируемого раствора.



Для возврата в режим «**ИЗМЕРЕНИЕ**» следует нажать кнопку **РЕЖИМ**.



12 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ ПРИБОРА

12.1 Техническое обслуживание электродов

Техническое обслуживание электродов следует производить в соответствии с указаниями, изложенными в эксплуатационной документации на электроды.

В процессе эксплуатации необходимо периодически производить перезаправку электрода сравнения.

В перерывах между измерениями электроды необходимо хранить в соответствии с указаниями их эксплуатационной документации.

12.2 Техническое обслуживание преобразователя

Чистку наружной поверхности преобразователя следует производить с использованием мягких моющих средств, не допуская их попадания на разъемы.

При случайном попадании моющих либо анализируемых растворов на разъемы промыть разъемы дистиллированной водой, тщательно просушить в потоке теплого воздуха.

13 АВТОМАТИЧЕСКАЯ ДИАГНОСТИКА ПРИБОРА. ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Сразу после включения прибор проводит самотестирование. При обнаружении неисправности преобразователя, неисправности электродной системы, а также, если в процессе градуировки были допущены ошибки, прибор автоматически индицирует ошибку на дисплее. Внешнее проявление ошибок, вероятная причина и методы их устранения перечислены в таблице 1.

Если неисправность самостоятельно устранить не удастся, необходимо обратиться на предприятие, производящее ремонт.

Таблица 1

Наименования неисправностей, их внешнее проявление и признаки	Индикация	Вероятная причина	Метод устранения
1	2	3	4
Неисправности общего характера			
1 Блок питания не подключен. Преобразователь не включатся.	-	Не установлены или разряжены элементы питания.	Установить или заменить элементы питания.
2 Блок питания подключен. Преобразователь не включатся.	-	Неисправность блока питания или соединительного кабеля.	Обратиться на предприятие, производящее ремонт.
3 Напряжение автономного источника питания менее 5 В.	Горит знак - +	Разряжены элементы питания.	Заменить элементы питания.
4 При подключенном термодатчике на дисплее индицируется знак «TP».	-	Обрыв в кабеле или разъеме термодатчика. Неисправность термодатчика.	Устранить обрыв. Заменить термодатчик.
Неисправности и ошибки, выявляемые при градуировке прибора			
5 При градуировке рХ или сХ температура раствора отличается от температуры первого градуировочного раствора более чем на 2 °С.	Горит «Ошибка», мигает «°С»	-	Привести температуру раствора в соответствие с температурой первого градуировочного раствора. Провести градуировку.
6 При градуировке измеренное значение ЭДС электродной системы в первом растворе равно значению во втором растворе.	Горит «Ошибка», чередуется индикация знаков 1 2 Через 4-6 секунд прибор предлагает повторить градуировку по первому раствору	Ошибка при приготовлении растворов или использование при градуировке одного и того же раствора.	Исправить ошибку и повторить градуировку.
		Использование для градуировки растворов с рХ, различающихся менее чем на 0,3.	
		Повреждена рабочая мембрана измерительного электрода.	Заменить электрод и повторить градуировку.

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
7 При градуировке измеренное значение ЭДС электродной системы во втором растворе равно значению в третьем растворе.	Горит «Ошибка», чередуются индикация знаков 2 3 . Через 4-6 секунд прибор предлагает повторить градуировку по третьему раствору.	Ошибка при приготовлении растворов или использование при градуировке одного и того же раствора.	Исправить ошибку и повторить градуировку.
		Использование для градуировки растворов с рХ, различающихся менее чем на 0,3.	
		Повреждена рабочая мембрана измерительного электрода.	Заменить электрод и повторить градуировку.
	8 Ввод значения второго градуировочного раствора, отличающегося от рХ первого, менее чем на 0,3.	Горит « Ошибка », чередуются индикация знаков 1 2 . Через 4-6 секунд прибор предлагает повторить ввод значения второго раствора.	Ввод неверного значения.
Использование для градуировки растворов с рХ, различающихся менее чем на 0,3.			Исправить ошибку и повторить градуировку.
9 Ввод значения третьего градуировочного раствора, отличающегося от рХ второго, менее чем на 0,3.	Горит « Ошибка », чередуются индикация знаков 2 3 . Через 4-6 секунд прибор предлагает повторить ввод значения рХ третьего раствора.	Ввод неверного значения.	Исправить ошибку.
		Использование для градуировки растворов с рХ, различающихся менее чем на 0,3.	Исправить ошибку и повторить градуировку.
10 Крутизна электродной характеристики рХ - S менее 41,4 или более 65,1 мВ/рХ при 25 °С (70 ... 110%).	Горит « Ошибка », мигает « S ». Через 4-6 секунд прибор предлагает повторить градуировку по первому или третьему раствору.	Ошибка при приготовлении градуировочных растворов.	Исправить ошибку и повторить градуировку.
		Ввод неверных значений рХ градуировочных растворов.	
		Измеренное или установленное значение температуры не соответствует действительности.	Заменить электрод и повторить градуировку.
		Электрод выработал свой ресурс или неисправен.	

Окончание таблицы 1

1	2	3	4
Неисправности и ошибки при измерениях			
11 При измерении рХ или сХ температура раствора отличается от температуры градуировочных растворов более чем на 2 °С.	Горит « Ошибка », мигает «°С»	-	Привести температуру раствора в соответствие с температурой первого градуировочного раствора. Провести градуировку.
12 Перегрузка по входу. Напряжение на входе выходит за пределы допуска ± 2000 мВ.	Горит « Ошибка », мигает « П мВ ».	Обрыв в цепи электродов.	Устранить обрыв.
		Электроды не погружены в раствор.	Погрузить электроды в раствор.
		Нарушено истечение из электрода сравнения или воздушный пузырек вызвал в нем разрыв электролита.	Устранить неисправность.
13 Перегрузка результата. Полученное в результате расчетов значение рХ или сХ выходит за пределы диапазона измерений.	Горит « Ошибка », мигает « П рХ, сХ ».	Обрыв в цепи электродов.	Устранить обрыв.
		Электроды не погружены в раствор.	Погрузить электроды в раствор.
		Воздушные пузыри в электроде сравнения или нарушение истечения электролита из него.	Устранить неисправность.
		Градуировка проведена неверно.	Провести повторную градуировку
14 Показания прибора неустойчивы.	-	Нарушение контакта в месте подключения электродов.	Проверить надежность подключения электродов.
		Воздушные пузыри в электроде сравнения или нарушение истечения электролита из него.	Устранить неисправность.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Перечень объектов анализа, нормативные документы и предустановленные значения массовой доли и концентрации нитрат-ионов при рХ = 3,00 на различных каналах прибора

Таблица А.1

Нормативный документ (НД)	Объект	№ таблицы пере-счета в НД	Значение сХ ₃ , мг/кг, (мг/дм ³)	№ канала
1	2	3	4	5
-	-	-	10-10000	0
ГОСТ 26951-86. Почвы. Определение нитратов ионометрическим методом.	Почвы	пункт 5	34,7	1
ГОСТ 27753.7-88. Грунты тепличные. Методы определения нитратного азота.	Грунты тепличные	1	71,0	2
	Грунты тепличные	2	141,0	3
ГОСТ 29270-95. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов.	Экстракт - продукты с содержанием сухих веществ ниже 20%	А.1	366,0	4
	Экстракт - продукты с содержанием сухих веществ 20...35%	А.2	360,0	5
	Соки, напитки, коктейли	А.3		
ГОСТ 23268.9-78. Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Метод определения нитрат-ионов.	Вода минеральная	1	(62,0)	6

Окончание таблицы А.1

1	2	3	4	5
Методические указания по определению нитратов в продукции растениеводства МУ 5048-89	Экстракт - картофель, свекла, лук-репка, виноград	2	360,0	7
	Экстракт - капуста (бел.), морковь, томаты, огурцы, лук-перо, дыни, арбузы, тыквы, перец (сл.), кабачки, зеленные культуры, яблоки, груши	3	366,0	8
	Сок - картофель, лук-репка	4	298,0	9
	Сок - свекла, морковь	5	316,0	10
	Сок - капуста (бел.), перец (сл.), виноград	6	335,0	11
	Сок - огурцы, томаты, кабачки, дыни, арбузы, тыквы, яблоки, груши	7	353,0	12
ГОСТ 13496.19-93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания нитратов и нитритов.	Экстракт сухих проб с высоким содержанием нитратов (кормовые травы, силос, сенаж, жмыхи, шроты и премиксы)	2	3090	13
	Экстракт сухих проб с низким содержанием нитратов (силос, сенаж, сено злаковых, комбикорма)	3	616,6	14
	Экстракты свежих проб с влажностью 50%	4	341,0	15
	Экстракты свежих проб с влажностью 70%	5	355,0	16
	Экстракты свежих проб с влажностью 80%	6	360,0	17
	Экстракты свежих проб с влажностью 90%	7	366,0	18
	Соки	8	353,0	19
ГОСТ 27894.4-88 Торф и продукты его переработки для сельского хозяйства. Методы определения нитратного азота.	Торф и продукты его переработки	4	141,3	20

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(справочное)

Методики приготовления градуировочных и фоновых растворов

Вариант Б.1. Для работы по МУ 5048, ГОСТ 29270, ГОСТ 13496.19, ГОСТ 26951, ГОСТ 27894.4

Б.1.1 При измерениях и градуировке используются растворы, приведенные в таблице Б.1.

Таблица Б.1

№ раствора	Назначение	Состав	Концентрация			рХ
			моль/дм ³	мг/дм ³	%	
1	Фоновый/ экстрагирующий	KAl(SO ₄) ₂			1	-
2*	Фоновый/ экстрагирующий	KAl(SO ₄) ₂ KMnO ₄ H ₂ SO ₄			1 0,1 ~0,06	-
3	Исходный/ градуировочный	KNO ₃ KAl(SO ₄) ₂	10 ⁻¹	6200	1	1,00
4	Градуировочный	KNO ₃ KAl(SO ₄) ₂	10 ⁻²	620	1	2,00
5	Градуировочный	KNO ₃ KAl(SO ₄) ₂	10 ⁻³	62	1	3,00
6	Градуировочный	KNO ₃ KAl(SO ₄) ₂	10 ⁻⁴	6,2	1	4,00
7	Контрольный	KNO ₃ KAl(SO ₄) ₂	5*10 ⁻³	310	1	2,30

Градуировочные растворы следует готовить в день проведения градуировки.

Б.1.2 Приготовление фонового (экстрагирующего) раствора алюмокалиевых квасцов (KAl(SO₄)₂) концентрацией 1 % (№ 1):

- взвесить 10 г алюмокалиевых квасцов с погрешностью не более ±0,1 г;

*Используется только при анализе проб, содержащих капусту или растения семейства крестоцветных, по МУ 5048, ГОСТ 29270-95 и ГОСТ 13496.19-93.

- перенести навеску в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и добавить 400 - 600 см³ дистиллированной воды;
- покачивая колбу добиться полного растворения соли;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Раствор хранить в склянке с притертой пробкой не более 1 года. При появлении мути или осадка раствор заменить свежеприготовленным.

Б.1.3 Приготовление фонового (экстрагирующего) раствора алюмокалиевых квасцов ($KAl(SO_4)_2$) концентрацией 1 % (№ 2):

- взвесить 10 г алюмокалиевых квасцов с погрешностью не более $\pm 0,1$ г;
- взвесить 1 г перманганата калия ($KMnO_4$) с погрешностью не более $\pm 0,01$ г;
- перенести навески в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и добавить 400 - 600 см³ дистиллированной воды;
- покачивая колбу добиться полного растворения солей;
- добавить в колбу 0,6 см³ концентрированной серной кислоты (H_2SO_4);
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Раствор хранить в склянке с притертой пробкой не более 1 года. При появлении мути или осадка раствор заменить свежеприготовленным.

Б.1.4 Приготовление исходного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией 0,1 моль/дм³ (№ 3):

- высушить соль KNO_3 при температуре (100 – 105) °С до постоянной массы;
- взвесить 10,110 г высушенной соли KNO_3 с погрешностью не более $\pm 0,001$ г;
- перенести навеску в мерную колбу вместимостью 1 дм³;
- взвесить 10 г алюмокалиевых квасцов ($KAl(SO_4)_2$) с погрешностью не более $\pm 0,1$ г и перенести их в ту же колбу;
- добавить в колбу 400 - 600 см³ дистиллированной воды;
- покачивая колбу добиться полного растворения солей;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Раствор хранить в склянке с притертой пробкой не более 1 года. При появлении мути или осадка раствор заменить свежеприготовленным.

Б.1.5 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,01$ моль/дм³ (№ 4):

- отобрать при помощи пипетки 10 см^3 исходного раствора нитрата калия (№ 2) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки фоновым раствором (№ 1);
- тщательно перемешать.

Б.1.6 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,001$ моль/дм³ (№ 5):

- отобрать при помощи пипетки 10 мл раствора нитрата калия концентрацией $0,01$ моль/дм³ (№ 4) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки фоновым раствором (№ 1);
- тщательно перемешать.

Б.1.7 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,0001$ моль/дм³ (№ 6).

- отобрать при помощи пипетки 10 мл раствора нитрата калия концентрацией $0,001$ моль/дм³ (№5) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки фоновым раствором (№ 1);
- тщательно перемешать.

Б.1.8 Приготовление контрольного раствора нитрата калия (KNO_3) с $\text{pX} = 2,30$ (№ 7):

- отобрать при помощи пипетки 50 см^3 раствора нитрата калия (KNO_3), концентрацией $0,01$ моль/дм³ и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки фоновым раствором (№ 1) водой;
- тщательно перемешать.

Вариант Б.2. Для работы по ГОСТ 23268.9*

Б.2.1 При измерениях и градуировке используются растворы приведенные в таблице В.3.

*Данная методика отличается от приведенной в ГОСТ 23268.9. Она выполнена на основе последней, но более корректна с точки зрения приемов принятых в аналитической химии, кроме того, в ней исправлены ошибки.

Таблица Б.2

№ раствора	Назначение	Состав	Концентрация			рХ
			моль/дм ³	мг/дм ³	%	
1	Фоновый	KAl(SO ₄) ₂			10	-
2	Фоновый	NaCl		500...2000		-
3	Исходный	KNO ₃	10 ⁻¹	6200		-
4	Градуировочный	KNO ₃	10 ⁻³	62,00		3,00
5	Градуировочный	KNO ₃	8x10 ⁻⁴	49,60		3,10
6	Градуировочный	KNO ₃	6x10 ⁻⁴	37,20		3,22
7	Градуировочный	KNO ₃	4x10 ⁻⁴	24,80		3,40
8	Градуировочный	KNO ₃	2x10 ⁻⁴	12,40		3,70
9	Градуировочный	KNO ₃	2x10 ⁻⁵	1,24		4,70

Градуировочные растворы следует готовить в день проведения градуировки.

Б.2.2 Приготовление фонового раствора алюмокалиевых квасцов (KAl(SO₄)₂) концентрацией 10 % (№ 1):

- взвесить 100,00 г алюмокалиевых квасцов на технических весах с погрешностью не более ±0,01 г;
- перенести навеску в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и добавить (600 – 800) мл дистиллированной воды;
- покачивая колбу, достигнуть полного растворения соли. Для ускорения процесса раствор можно нагреть до температуры (40 – 50) °С;
- охладить раствор, довести его объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Раствор хранить в склянке с притертой пробкой не более 1 года. При появлении мути или осадка раствор заменить свежеприготовленным.

Б.2.3 Приготовление фонового раствора хлорида натрия (NaCl) концентрацией 500...2000 мг/дм³ (№ 2):

При этом следует приготовить раствор с массовой концентрацией хлорид-ионов, равной их массовой концентрации в исследуемой воде:

- определить массовую концентрацию хлорид-ионов в исследуемой воде по ГОСТ 23268.17;

- рассчитать массу навески NaCl, необходимую для приготовления 1 дм³ раствора такой же концентрации. Массу навески рассчитывать исходя из массовой концентрации хлорид-ионов в исследуемой воде;

- рассчитанную навеску NaCl перенести в колбу вместимостью 1 дм³.

Хлористый натрий взвешивают на технических весах с погрешностью не более ±0,01 г;

- добавить в колбу (400 – 600) см³ дистиллированной воды;
- покачивая колбу, достигнуть полного растворения соли;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Б.2.4 Приготовление исходного раствора нитрата калия (KNO₃) концентрацией 0,1 моль/дм³ (№ 3):

- высушить соль KNO₃ в сушильном шкафу при температуре (100 – 105) °С до постоянной массы;
- взвесить 10,110 г высушенной соли KNO₃ с погрешностью не более ±0,001 г;
- перенести навеску в мерную колбу вместимостью 1 дм³;
- добавить в колбу (400 – 600) см³ дистиллированной воды;
- покачивая колбу, достигнуть полного растворения соли;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Раствор хранить в склянке с притертой пробкой не более 1 года. При появлении мути или осадка раствор заменить свежеприготовленным.

Б.2.5 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO₃) концентрацией 0,001 моль/дм³ (№ 4):

- отобрать при помощи пипетки 1 мл раствора нитрата калия концентрацией 0,1 моль/дм³ (№ 3) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

Б.2.6 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO₃) концентрацией 0,0008 моль/л (№ 5):

- отобрать при помощи пипетки 0,8 см³ раствора нитрата калия концентрацией 0,1 моль/дм³ (№ 3) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

Б.2.7 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO₃) концентрацией 0,0006 моль/дм³ (№ 6):

- отобрать при помощи пипетки 0,6 см³ раствора нитрата калия концентрацией 0,1 моль/дм³ (№ 3) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

Б.2.8 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,0004 \text{ моль/дм}^3$ (№ 7):

- отобрать при помощи пипетки $0,4 \text{ см}^3$ раствора нитрата калия концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ (№ 3) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;

- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;

- тщательно перемешать.

Б.2.9 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,0002 \text{ моль/дм}^3$ (№ 8):

- отобрать при помощи пипетки 20 см^3 раствора нитрата калия концентрацией $0,001 \text{ моль/дм}^3$ (№ 4) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;

- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;

- тщательно перемешать.

Б.2.10 Приготовление градуировочного раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,00002 \text{ моль/дм}^3$ (№ 9):

- отобрать при помощи пипетки 2 см^3 раствора нитрата калия концентрацией $0,001 \text{ моль/дм}^3$ (№ 4) и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;

- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;

- тщательно перемешать.

Вариант Б.3. Для измерений активности нитрат-ионов (рХ) и работы по ГОСТ 27753.7

Б.3.1 При градуировке используются растворы, приведенные в таблице В.3.

Таблица В.3

№ раствора	Назначение	Состав	Концентрация		рХ
			моль/дм ³	мг/см ³	
1	Исходный	KNO_3	10^{-1}	6200	
2	Градуировочный	KNO_3	10^{-2}	620	2,00
3	Градуировочный	KNO_3	10^{-3}	62	3,00
4	Градуировочный	KNO_3	10^{-4}	6,2	4,00
5	Контрольный	KNO_3	$5 \cdot 10^{-3}$	310	2,30

Б.3.2 Приготовление раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ (№ 1):

- высушить соль KNO_3 при температуре $(100-105) \text{ }^\circ\text{C}$ до постоянной массы;
- взвесить $10,110 \text{ г}$ высушенной соли KNO_3 с погрешностью не более $\pm 0,001 \text{ г}$;
- перенести навеску в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 ;
- добавить в колбу $(400-600) \text{ см}^3$ дистиллированной воды;
- покачивая колбу добиться полного растворения солей;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Б.3.3 Приготовление раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,01 \text{ моль/дм}^3$ (№ 2):

- отобрать при помощи пипетки 10 см^3 раствора нитрата калия (KNO_3), концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

Б.3.4 Приготовление раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,001 \text{ моль/дм}^3$ (№ 3):

- отобрать при помощи пипетки 10 см^3 раствора нитрата калия (KNO_3), концентрацией $0,01 \text{ моль/дм}^3$ и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

Б.3.5 Приготовление раствора нитрата калия (KNO_3) концентрацией $0,0001 \text{ моль/дм}^3$ (№ 4):

- отобрать при помощи пипетки 10 см^3 раствора нитрата калия (KNO_3), концентрацией $0,001 \text{ моль/дм}^3$ и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

Б.3.6 Приготовление контрольного раствора нитрата калия (KNO_3) с $\text{pX} = 2,31$ (№ 5):

- отобрать при помощи пипетки 50 см^3 раствора нитрата калия (KNO_3), концентрацией $0,01 \text{ моль/дм}$ и перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 ;
- довести объем раствора до метки дистиллированной водой;
- тщательно перемешать.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Перечень документов, на которые даются ссылки в настоящем руководстве по эксплуатации

Таблица В.1

Обозначение	Наименование
ГОСТ 1750-86	Фрукты сушеные. Правила приемки, методы испытаний.
ГОСТ 13341-77	Овощи сушеные. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб.
ГОСТ 13496.0-80	Комбикорма, сырье. Методы отбора проб.
ГОСТ 13496.19-93	Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания нитратов и нитритов
ГОСТ 13586.3-83	Зерно. Правила приемки и методы отбора проб.
ГОСТ 13979.0-86	Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб.
ГОСТ 23268.0-91	Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Правила приемки и методы отбора проб.
ГОСТ 23268.9-78	Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Метод определения нитрат-ионов.
ГОСТ 26313-84	Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб.
ГОСТ 26671-85	Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов.
ГОСТ 26951-86	Почвы. Определение нитратов ионометрическим методом.
ГОСТ 27262-87	Корма растительного происхождения. Методы отбора проб.
ГОСТ 27753.1-88	Грунты тепличные. Методы отбора проб.
ГОСТ 27753.2-88	Грунты тепличные. Метод приготовления водной вытяжки.
ГОСТ 27753.7-88	Грунты тепличные. Методы определения нитратного азота.
ГОСТ 27853-88	Овощи соленые и квашеные, плоды и ягоды моченые. Приемка, отбор проб.
ГОСТ 27894.4-88	Торф и продукты его переработки для сельского хозяйства. Методы определения нитратного азота.
ГОСТ 28741-90	Продукты питания из картофеля. Приемка, подготовка проб и методы испытаний.
ГОСТ 29270-95	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов.
МУ 5048-89	Методические указания по определению нитратов в продукции растениеводства

Лист регистрации изменений

Изм	Номера листов (страниц)				Всего листов в документе	№ документа	Входящий № сопроводительного документа и дата	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					
1		Все			19	ГРБА 0100			19.05.06
2		Все			48	ГРБА 0105			03.08.07
3		Все			54	ГРБА 0109			12.01.09
4		Все			54	ГРБА 0112			12.01.10
5		Все			54	ГРБА 0130			02.04.13