МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32527— 2013

МИНЕРАЛЬНЫЕ АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ВЕЩЕСТВА

Определение содержания в воздушной и водной средах

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ», Федеральным бюджетным учреждением здравоохранения «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФБУЗ «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Роспотребнадзора)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44, приложение № 24)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 815-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32527—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2014 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МИНЕРАЛЬНЫЕ АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ВЕЩЕСТВА

Определение содержания в воздушной и водной средах

Mineral nitrogen-containing substances. Determination of content in air and water

Дата введения — 2014—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру измерения методом фотометрии массовой концентрации в воде аммиака и ионов аммония (суммарно) в диапазоне от 0,05 до 3 мг/дм^3, нитрит-анионов от 0,003 до 0,3 мг/дм^3 и нитрат-анионов от 0,1 до 6,0 мг/дм^3 и в воздухе — аммиака и ионов аммония (суммарно) в диапазоне от 0,04 до 2,5 мг/м^3, нитрит-анионов от 0,003 до 0,25 мг/м^3 и нитрат-анионов от 0,08 до 5 мг/м^3. При массовой концентрации ионов выше их верхнего значения диапазона пробы предварительно разбавляют дистиллированной водой.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ OIML R 111-1 Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4197 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4238 Реактивы. Квасцы алюмоаммонийные. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4329 Реактивы. Квасцы алюмокалиевые. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4658 Ртуть. Технические условия

ГОСТ 5821 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 12601 Порошок цинковый. Технические условия

ГОСТ 20301 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

ГОСТ 20903 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики погрешности измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k = 2) $U_{отн}$ = 15 %.

Примечание — Указанная неопределенность соответствует границам относительной суммарной погрешности ± 15 % при доверительной вероятности P = 0,95.

4 Описание метода

4.1 Для определения содержания азотсодержащих веществ воздух пропускают через фильтр (типа АФА-ВП-20), с которого их затем десорбируют дистиллированной водой (нитрат-анионы), раствором йодистого калия (нитрит-анионы) и безаммиачной водой (ионы аммония). Затем количественно анализируют методом фотометрии.

4.2 Метод определения аммиака основан на его способности образовывать окрашенное в желто-коричневый цвет соединение с реактивом Несслера. Интенсивность окраски раствора, пропорциональную массовой концентрации аммиака и ионов аммония, измеряют на фотоколориметре при длине волны 400—425 нм. Мешающее влияние остаточного активного хлора устраняют добавлением эквивалентного количества серноватистокислого натрия, жесткости — добавлением раствора виннокислого калия-натрия, большого количества железа, цветности и мутности — осветлением раствора гидроокисью алюминия.

4.3 Метод определения нитрит-анионов основан на способности нитритов диазотировать сульфаниловую кислоту и на образовании красно-фиолетового красителя диазосоединения с 1-Нафтиламином. Интенсивность окраски, пропорциональную содержанию нитритов, измеряют на фотоколориметре при длине волны 520 нм. Мешающее влияние мутности и цветности воды устраняют осветлением пробы гидроокисью алюминия.

4.4 Метод определения нитрат-анионов основан на реакции с фенолдисульфоновой кислотой с образованием нитропроизводных фенола, которые со щелочами образуют соединения, окрашенные в желтый цвет. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (λ = 480 нм) в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

Фотоэлектроколориметр любой марки (λ = 400—425 нм, λ= 480 нм, λ= 520 нм).

Четырехгранные кварцевые кюветы для спектрофотометрических измерений, длина оптического пути 10, 20 и 50 мм, диапазон длин волн 350—1000 нм по ГОСТ 20903.

Весы аналитические лабораторные[1)].

Разновес типа Г01-20 1-го класса по ГОСТ OIML R 111-1—2009.

Колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 с погрешностью ± 0,12, ± 0,2 и ± 0,8 соответственно по ГОСТ 1770.

Пипетка градуированная на 1, 2, 5 мл 3—1—2—1, 3—1—2—2, 3—1—2—5 с погрешностью ± 0,01, ± 0,02 и ± 0,05 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой (Мора) 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25, 2—2—50 по ГОСТ 29169 с погрешностью ± 0,03, ± 0,04, ± 0,06 и ± 0,1 $см^3$ соответственно.

Цилиндры мерные 2—25, 2—50, 2—100 и 2—500 с погрешностью ± 0,5, ± 1,0, ± 1,0 и ± 5,0 соответственно по ГОСТ 1770.

Примечание — Допускается применение других типов средств измерений с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Реактивы и материалы

Натрия гидроокись, ч.д.а., по ГОСТ 4328 (чистота 99 %).

Калий азотнокислый, ч.д.а., по ГОСТ 4217.

Натрий азотистокислый, ч.д.а., по ГОСТ 4197.

Натрий серноватистокислый, ч.д.а., по ГОСТ 27068.

Вода деионизованная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, пропущенная через колонку с ионно-обменной смолой по ГОСТ 20301) электропроводностью менее 2 мкСм/см.

1-Нафтиламин, ч.д.а.

Натрий углекислый, ч.д.а., по ГОСТ 83.

Серебро сернокислое, х.ч.

Кислота серная, ч.д.а., по ГОСТ 4204.

Кислота сульфаниловая, ч.д.а., по ГОСТ 5821.

Кислота уксусная, ч.д.а., по ГОСТ 61.

Аммиак, 25%-ный раствор, по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый, ч.д.а., по ГОСТ 3773.

Йод, ч.д.а., по ГОСТ 4159.

Калий йодистый, ч.д.а., по ГОСТ 4232.

Калий-натрий виннокислый 4-водный, ч.д.а., по ГОСТ 5845.

Квасцы алюмокалиевые, ч.д.а., по ГОСТ 4329 или квасцы алюмоаммонийные, ч.д.а., по ГОСТ 4238.

Реактив Несслера.

Реактив Грисса.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Ртуть йодистая.

Хлороформ.

Фенол кристаллический, ч.д.а.

Порошок цинковый по ГОСТ 12601.

Примечание — Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, с квалификацией чистоты не ниже указанной.

5.3 Вспомогательные устройства

Аспирационное устройство и фильтродержатели.

Фильтры типа АФА-ВП-20.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой вместимостью не менее 1 л.

Стеклянная емкость (стаканчик) вместимостью не менее 50 мл, с возможностью плотного закрытия крышкой или металлической фольгой для проведения экстракции с фильтра.

Пинцет из нержавеющей стали.

Ультразвуковая ванна (например, ГРАД 13-35). Возможность нагрева не требуется.

Примечание — Допускается применение аналогичного вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

6 Требования безопасности

6.1 Используемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности. При работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

6.2 Эксплуатация прибора и проведение соответствующих измерений требуют соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7 Требования к квалификации персонала

7.1 К приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера- или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

7.2 К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика или химика, прошедшие соответствующие курсы обучения и стажировку в лабораториях, аккредитованных на выполнение анализов с применением настоящего стандарта.

7.3 Весь персонал должен пройти проверку знаний по технике безопасности, в том числе при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с едкими и токсичными веществами, правила пожарной безопасности и промышленной санитарии.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия: температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С; атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.); относительная влажность воздуха при 25 °С ниже 85 %; напряжение в сети питания переменного тока (220 ± 22) В.

Другие условия измерений должны соответствовать инструкции по эксплуатации прибора.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Подготовка посуды

Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают применявшимся растворителем и тщательно моют горячей водой с содой, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

9.2 Приготовление растворов

Приготовление растворов проводят в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха 18 °С — 22 °С.

9.2.1 Приготовление растворов для определения массовой концентрации ионов аммония

9.2.1.1 Приготовление основного стандартного раствора

2,965 г хлористого аммония, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 100 °С — 105 °С, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в небольшом количестве безаммиачной дистиллированной воды и доводят этой же водой до метки. В 1 см^3 этого раствора содержится 1 мг NH_4^+. Раствор хранят в склянке темного стекла в течение года, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

9.2.1.2 Приготовление рабочего стандартного раствора

50 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки безаммиачной дистиллированной водой. В 1 см^3 этого раствора содержится 0,05 мг NH_4^+. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.2.1.3 Приготовление реактива Несслера

Применяют готовый реактив или готовят его по ГОСТ 4517 на безаммиачной дистиллированной воде.

9.2.1.4 Приготовление раствора виннокислого калия-натрия

500 г виннокислого калия-натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят этой водой до 1 дм^3. Прибавляют 5—10 см^3 реактива Несслера. После осветления раствор не должен содержать ионов аммония, в противном случае прибавляют еще 2—5 см^3 реактива Несслера.

9.2.1.5 Приготовление гидроокиси аллюминия, суспензии

125 г алюмокалиевых квасцов растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды, нагревают до 60 °С и постепенно прибавляют 55 см^3 25%-ного раствора аммиака при постоянном перемешивании. После отстаивания осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией сначала дистиллированной водой, а затем безаммиачной дистиллированной водой до отсутствия реакции на аммиак.

9.2.1.6 Приготовление безаммиачной дистиллированной воды

Дистиллированную воду проверяют на содержание аммиака (к 5 см^3 воды прибавляют 0,1 см^3 реактива Несслера). При обнаружении аммиака (появляется желтоватое окрашивание) дистиллированную воду пропускают через колонку с активированным углем марки БАУ, катионитом в H^+-форме или кипятят в колбе до уменьшения объема на 1/3. Проверяют на отсутствие аммиака и ионов аммония.

На этой воде готовят реактивы, и ее используют в анализе для разбавления пробы.

9.2.1.7 Приготовление шкалы стандартных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см^3 рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки безаммиачной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг NH_4^+/дм^3.

9.2.2 Приготовление растворов для определения массовой концентрации нитрит-анионов

9.2.2.1 Приготовление основного стандартного раствора

1,497 г азотистокислого натрия $NaNO_2$ растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки. В 1 см^3 раствора содержится 1 мг нитритов. Раствор консервируют добавлением 1 см^3 хлороформа, хранят в склянке темного стекла в течение нескольких месяцев, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

9.2.2.2 Приготовление рабочего стандартного раствора

1 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 см^3 этого раствора содержится 0,001 мг нитритов. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.2.2.3 Приготовление реактива Грисса, раствора в уксусной кислоте

10 г сухого реактива Грисса растворяют в 100 см^3 12%-ного раствора уксусной кислоты. При отсутствии сухого реактива Грисса его готовят по ГОСТ 4517.

9.2.2.4 Приготовление уксусной кислоты, 12%-ного раствора

25 см^3 ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 200 см^3.

9.2.2.5 Приготовление гидроокиси аллюминия, суспензии

Готовят по 9.2.1.5.

9.2.2.6 Приготовление шкалы стандартных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см^3 рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,002; 0,004; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм^3 нитритов.

9.2.3 Приготовление растворов для определения массовой концентрации нитрат-анионов

9.2.3.1 Приготовление основного стандартного раствора

0,7218 г азотнокислого калия, высушенного при (105 ± 2) °С, растворяют в мерной колбе в дистиллированной воде, доводят объем до 1 дм^3 и добавляют 1 см^3 хлороформа. 1 см^3 этого раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

9.2.3.2 Приготовление рабочего стандартного раствора

50 см^3 основного раствора выпаривают досуха на водяной бане, затем к охлажденному сухому остатку добавляют 2 см^3 фенолдисульфоновой кислоты и тщательно растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Затем добавляют несколько кубических сантиметров дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 см^3 этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

9.2.3.3. Приготовление гидроокиси аллюминия, суспензии

Готовят по 9.2.1.5.

9.2.3.4 Приготовление фенолдисульфокислоты

25 г кристаллического бесцветного фенола (если препарат окрашен, необходима его очистка перегонкой) растворяют в 150 см^3 концентрированной серной кислоты и нагревают в течение 6 ч на водяной бане в колбе с обратным холодильником. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

9.2.3.5 Приготовление раствора сернокислого серебра

4,40 г сернокислого серебра Ag_2SO_4 растворяют в дистиллированной воде и доводят в мерной колбе дистиллированной водой до 1 дм^3. 1 см^3 раствора приблизительно эквивалентен 1 мг хлорид-аниона Cl^-. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

9.2.3.6 Приготовление шкалы стандартных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5; 6,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 30,0 см^3 рабочего стандартного раствора. В каждую мерную колбу добавляют по 2 см^3 фенолдисульфоновой кислоты и 5—6 см^3 щелочи (NH_4OH) до максимального развития окраски. Объем раствора в цилиндрах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Получают растворы с содержанием 0, 0,1; 0,14; 0,2; 0,3; 0,4; 0,7; 1,2; 2,0; 3,0; 4,0 и 6,0 мг/дм^3 нитратов. Приготовленная стандартная шкала может сохраняться в течение нескольких недель без изменения окраски раствора.

9.3 Подготовка прибора к выполнению измерений

Включают и настраивают спектрофотометр в соответствии с инструкцией по эксплуатации и описанием, прилагаемым к прибору (прогревают в течение 15 мин). Устанавливают следующие рабочие параметры, необходимые для проведения измерений.

9.4 Градуировка

9.4.1 Проведение градуировки при определении массовой концентрации ионов аммония

Для градуировки используют градуировочные растворы, полученные согласно 9.2.1.7. К 50 см^3 градуировочного раствора прибавляют 1 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, перемешивают, затем прибавляют 1 см^3 реактива Несслера и снова перемешивают. Через 10 мин фотометрируют при длине волны 400—425 нм по отношению к раствору сравнения (безаммиачной воде, в которую добавлены те же реактивы, что и в пробу).

9.4.2 Проведение градуировки при определении массовой концентрации нитрит-анионов

Для градуировки используют градуировочные растворы, полученные согласно 9.2.2.6. К 50 см^3 градуировочного раствора прибавляют 2 см^3 раствора реактива Грисса, перемешивают. Через 40 мин (или через 10 мин при помещении пробы в водяную баню при температуре 50 °С — 60 °С) фотометрируют при длине волны 520 нм по отношению к раствору сравнения (дистиллированной воде, в которую добавлен реактив Грисса).

9.4.3 Проведение градуировки при определении массовой концентрации нитрат-анионов

Для градуировки используют градуировочные растворы, полученные согласно 9.2.3.6. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (λ = 480 нм) в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных значений оптических плотностей вычитают оптическую плотность нулевой пробы. Полученные результаты наносят на график.

Каждый раствор заливают последовательно в рабочую кювету не менее трех раз (параллельные измерения). При каждом заполнении кюветы градуировочным раствором производят регистрацию спектра.

Для каждого из градуировочных растворов по трем параллельным измерениям определяют средние значения интенсивности аналитических сигналов D_i, е.о.п.

Далее при компьютерной обработке данных измерений методами линейной регрессии и наименьших квадратов строят градуировочную зависимость вида

$$D = a \cdot C + b, \qquad (1)$$

где a, е.о.п.·л/мг, и b, е.о.п. — эмпирические коэффициенты;

C — концентрация, мг/л.

Вычисления проводят с помощью специального или стандартного программного обеспечения. Для каждого из средних значений D_i рассчитывают их относительное отклонение A от значений $D_{i,град}$, вычисленных по градуировочной зависимости с использованием приписанной концентрации градуировочных растворов C_i:

$$A_i = \frac{\left| D_i - D_{i,град} \right|}{D_i} \cdot 100\ \%. \qquad (2)$$

Все значения A_i не должны превышать 4 %.

10 Подготовка образцов для измерений

10.1 Пробоотбор

Пробы воздуха отбирают согласно инструкциям. Объем прокачанного через фильтр воздуха должен составлять 60 л, продолжительность сбора пробы 20—30 мин. Для большей надежности измерений возможен сбор двух независимых проб в идентичных условиях.

Пробы воды отбирают по ГОСТ 31861, дополнительно руководствуясь следующими требованиями.

Пробы отбирают в чистые пластиковые емкости. Емкости с пробами воды снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дату и место отбора.

В каждой точке отбора отбирают не менее двух проб воды объемом не менее 0,5 л. Первую из проб анализируют, вторую оставляют в резерве, в том числе для контроля погрешности измерений.

Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, хранят при температуре 3 °С — 4 °С не более 1 сут или консервируют добавлением серной кислоты из расчета 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты на 1 $дм^3$ воды либо хлороформа из расчета 2—4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ воды и проводят определение не позднее чем через 2 сут.

Градуировку и измерения (серию измерений) проводят в течение одного и того же рабочего дня.

10.2 Экстракция отобранных из воздуха проб

10.2.1 Экстракция нитрат-анионов

Фильтр с пробой помещают в стакан, заливают 10 мл дистиллированной воды. Через 3—4 мин фильтр отжимают стеклянной палочкой и удаляют. 2 мл полученного раствора переносят в фарфоровую чашку. Далее пробы обрабатывают по 11.3.

10.2.2 Экстракция нитрит-анионов

Фильтр с отобранной пробой переносят в небольшой стакан, промывают 50 мл поглотительного раствора и оставляют на 10 мин. По истечении времени пробы обрабатывают аналогично градуировочным растворам.

10.2.3 Экстракция ионов аммония

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан, заливают 50 мл безаммиачной воды. Через 3—4 мин фильтр отжимают стеклянной палочкой и удаляют. Далее пробы обрабатывают аналогично градуировочным растворам.

11 Выполнение измерений

11.1 Проведение анализа при определении массовой концентрации ионов аммония

При содержании в воде активного остаточного хлора в количестве более 0,5 мг/$дм^3$ добавляют эквивалентное количество 0,01 н раствора серноватистокислого натрия. Мутная или цветная (при цветности выше 20°) вода подвергается коагуляции гидроокисью алюминия: на 250—300 $см^3$ исследуемой воды прибавляют 2—5 $см^3$ суспензии гидроокиси алюминия, встряхивают, после осветления отбирают прозрачный слой для анализа. При необходимости воду с коагулянтом фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей безаммиачной водой до отсутствия в фильтрате ионов аммония. При фильтровании пробы первые порции фильтрата отбрасывают.

50 $см^3$ исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,15 мг NH_4^+ и разбавленному безаммиачной водой до 50 $см^3$) обрабатывают по 9.4.1 и фотометрируют. Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония находят по градуировочному графику или рассчитывают по уравнению регрессии.

11.2 Проведение анализа при определении массовой концентрации нитрит-анионов

Мутную и цветную воду перед анализом обесцвечивают, как указано в 10.1. 50 $см^3$ исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,3 мг нитритов, разбавленному дистиллированной водой до 50 $см^3$) обрабатывают по 9.4.2 и фотометрируют. Массовую концентрацию нитрит-анионов находят по градуировочному графику или рассчитывают по уравнению регрессии.

11.3 Проведение анализа при определении массовой концентрации нитрат-анионов

Определению мешают хлориды в концентрации более 10 мг/$дм^3$. Их влияние устраняют в ходе анализа добавлением сернокислого серебра. При содержании нитритов более 0,7 мг/$дм^3$ получаются

завышенные результаты (обычно в питьевых водах нитриты в этих концентрациях не встречаются). Определению мешает цветность воды (более 20 °С — 25 °С). В этом случае к 150 см^3 исследуемой воды добавляют 3 см^3 суспензии гидроокиси алюминия, пробу тщательно перемешивают и после отстаивания в течение нескольких минут осадок отфильтровывают, первую порцию фильтрата отбрасывают. Для анализа отбирают 10 или 100 см^3 прозрачной воды или фильтрата (содержание нитратного азота в этом объеме не должно превышать 0,6 мг), добавляют раствор сернокислого серебра в количестве, эквивалентном содержанию хлорид-иона в исследуемой пробе. Выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха (осадок хлорида серебра отфильтровывают в том случае, когда содержание Cl^- превышает 15 мг в определяемом объеме). После охлаждения сухого остатка добавляют в чашку 2 см^3 раствора фенолдисульфоновой кислоты и тотчас растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Добавляют 20 см^3 дистиллированной воды и около 5—6 см^3 концентрированного раствора аммиака до максимального развития окраски. Окрашенный раствор переносят в колориметрический цилиндр вместимостью 100 или 50 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки. Сравнение окраски исследуемой пробы производят фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность окрашенного раствора исследуемой пробы в тех же условиях, как при построении калибровочной кривой.

12 Расчет концентрации для проб воздуха

Концентрацию вещества в воздухе C, мг/м^3, вычисляют по формуле

$$C = а \cdot в / (б \cdot V), \quad (3)$$

где а — содержание ионов в анализируемом объеме пробы, определенное по калибровочному графику, мкг;

в — общий объем раствора пробы, мл;

б — объем раствора пробы, взятой для анализа, мл;

V — объем воздуха, взятого для анализа и приведенного к стандартным условиям, л.

13 Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой концентрации ионов представляют в следующем виде

$$(C \pm 0{,}12 \quad C) \text{ мг/л}. \quad (4)$$

Примеры записи: < 0,15 мг/л, (0,50 ± 0,06) мг/л, (2,4 ± 0,3) мг/л, (7,6 ± 0,9) мг/л, (21 ± 2) мг/л, (94 ± 11) мг/л.

14 Контроль погрешности

Контроль проводят в целях оценки возможности применения настоящего стандарта для вод, ранее не подвергавшихся анализу, а также при сомнении в результатах измерений.

Пробу воды, например анализируемую или резервную, делят на два одинаковых объема. Две аликвоты первой части пробы анализируют согласно разделам 8—10, получая результат измерений C. Во вторую часть пробы вносят необходимый объем исходного раствора аниона по 9.2, учитывая, что размер добавки должен быть в интервале (0,8—1,2) · C. Получают результат измерений для двух аликвот пробы с добавкой $C_Д$.

Результат контроля признается удовлетворительным (для P = 0,90) при выполнении условия

$$100 \left| C_Д - C - Д \right| / Д \le н_Д, \quad (5)$$

$н_Д$ = 20 %.

УДК 661.7:006.86:547.626:006.354 МКС 13.040

Ключевые слова: нитрит, нитрат, аммоний, воздушная среда, водная среда, фотометрия

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 06.05.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,25.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru