ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты
НИТРИДДЕРДИН КАМТЫЛЫШЫН АНЫКТОО
Молекулярдуу абсорбциондук спектроскопиянын методу (ISO 6777 : 1984)

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИТРИТОВ
Метод молекулярной абсорбционной спектроскопии (ISO 6777:1984)

Издание официальное

Кыргызстандарт

Бишкек

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

I РАЗРАБОТАН Техническим комитетом CEN/TC 230 "Аналитика воды"

ВНЕСЕН Государственной инспекцией по стандартизации и метрологии при Правительстве Кыргызской Республики (Кыргызстандарт)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Кыргызстандарта от 2 августа 2001 г. № 84-СТ

3 Стандарт является полным аутентичным текстом Европейского стандарта EN 26777:1993 Качество воды. Определение содержания нитритов. Метод молекулярной абсорбционной спектроскопии (ISO 6777 : 1984)

4 ВВЕДЕН впервые

© Кыргызстандарт, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Кыргызстандарта

Содержание

Введение 1

1 Область применения 1

2 Сущность метода 2

3 Реактивы 2

4 Приборы и оборудование 2

5 Отбор проб и пробы 3

6 Методика определения 3

7 Обработка результатов 4

8 Особый случай 5

9 Комментарии к методике 5

10 Отчет об испытаниях 6

Приложение А 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты
НИТРИДДЕРДИН КАМТЫЛЫШЫН АНЫКТОО
Молекулярдуу абсорбциондук спектроскопиянын методу (ISO 6777 : 1984)

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИТРИТОВ
Метод молекулярной абсорбционной спектроскопии (ISO 6777:1984)

Water quality. Determination of nitrite. Molecular absorption spectrometric method (ISO 6777:1984)

Дата введения 2002-01-01

Введение

Настоящий международный стандарт распространяется на метод молекулярной абсорбционной спектроскопии, используемый для определения содержания нитритов в питьевой, сырой и сточной воде.

1 Область применения

1.1 Диапазон

С помощью данного метода можно определить концентрацию нитритов ρ_N до 0,25мг/л при использовании максимального объема исследуемой пробы до 40мл.

1.2 Предел обнаружения[1)]

При использовании ячеек с толщиной оптического слоя 40 мм и исследуемой пробы объемом 40мл предел обнаружения находится в диапазоне ρ_N =0,001-0,002мг/л.

1.3 Чувствительность[2)]

При использовании исследуемой пробы объемом 40мл, ячеек с толщиной оптического слоя 40 мм, и концентрации ρ_N =0,062мг/л, наблюдалось поглощение, равное 0,66 единиц.

При использовании исследуемой пробы объемом 40мл и ячеек с толщиной оптического слоя 10 мм, и концентрации ρ_N =0,25мг/л, наблюдалось поглощение, равное 0,67 единиц.

1.4 Погрешности

При высокой щелочности пробы, могут наблюдаться некоторые погрешности (см. пункт 9).

Целый ряд веществ, часто встречающихся в пробах воды, был испытан с целью определения их влияние на погрешность измерений. Результаты приведены в приложении к настоящему стандарту. Из исследованных веществ только хлорамин, хлор, тиосульфаты, полифосфат.

Издание официальное

[1)] Информация получена в консорциуме исследовательских лабораторий Соединенного Королевства, насчитывающего 5 лабораторий.

[2)] Информация получена в консорциуме исследовательских лабораторий Соединенного Королевства, насчитывающего 5 лабораторий.

натрия и железо (III) существенно влияют на точность измерений.

2 Сущность метода

В результате реакции нитрита в исследуемом растворе с 4-аминобензен-сульфонамидом в присутствии ортофосфорной кислоты при pH = 1,9 образуются соли диазония, которые в свою очередь образуют розовый краситель с N-(1-нафтил)-1,2-диамионэтан дигидрохлоридом (добавляемым с 4 аминобензенсульфонамидом). Измерение поглощения производят на длине волны 540 нм.

3 Реактивы

В процессе исследований следует использовать реактивы только соответствующей квалификации по чистоте и дистиллированную воду, или воду чистоты.

3.1 Ортофосфорная кислота, концентрация раствора 15моль/л, (е=1,70г/л).

3.2 Ортофосфорная кислота, концентрация раствора приблизительно 1,5моль/л.

С помощью пипетки добавляют25мл ортофосфорной кислоты (4.1) к (150±25)мл. воды. Перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Переливают раствор в колбу с меткой 250мл и доливают водой до указанного уровня.

Раствор хранят в бутылках из темного стекла. Раствор сохраняет стабильность в течение 6 месяцев.

3.3 Окрашенный (колориметрический) реактив

ПРИМЕЧАНИЕ: Этот реактив является ядом. Следует избегать попадания реактива или его ингредиентов на кожу или попадания их внутрь организма.

Растворяют (40,0±0,5)г 4-аминобензенсульфонамида ($NH_2C_6SO_2NH_2$) в растворе, полученном в результате смешения в химическом стакане (100±1)мл ортофосфорной кислоты (4.1) и (500±50)мл воды.

Растворяют в полученном растворе (2,00±0,02)г N-(1-нафтил)-1,2-диаминоэтан дигидрохлорида ($C_{10}H_7$-NH-CH_2-CH_2-NH_2-2HCl). Переливают раствор в колбу с меткой 1000 мл и разбавляют до указанной метки водой. Хорошо перемешивают раствор.

Раствор хранят в бутылках из темного стекла. Раствор сохраняет стабильность в течение 1 месяца при температуре 2-5°С.

3.4 Нитрит, стандартный раствор, концентрация ρ_N =100мг/л.

Растворяют (0,4922±0,0002)г нитрита натрия, высушенного при температуре 105°С в течение 2 часов приблизительно в 750мл воды. Переливают раствор в колбу с метой 1000мл и разбавляют до метки водой.

Раствор хранят в укупоренной бутылке из темного стекла при температуре 2-5°С. Раствор сохраняет стабильность в течение 1 мес. (См. пункт 10).

3.5 Нитрит, стандартный раствор, концентрация ρ_N =1,00мг/л.

С помощью пипетки переносят 10 мл стандартного раствора нитрита (4.4) в колбу с меткой 1000мл и разбавляют до указанной метки водой.

Указанный раствор готовят в день проведения испытаний и выливают остаток после его использования.

4 Приборы и оборудование

Всю стеклянную химическую посуду необходимо тщательно вымыть с помощью раствора соляной кислоты концентрацией 2моль/л, затем тщательно промыть водой.

Обычное лабораторное оборудование

Спектрометр, пригодный для проведения измерений на длине волны 540нм, с кюветами,с толщиной оптического слоя 10-50мм.

5 Отбор проб и пробы

Лабораторные пробы отбирают в стеклянные бутылки и подвергают анализу как можно быстрее, но не позднее 24 часов после их отбора. Хранение проб при температуре 2-5°С позволяет продлить срок хранения многих проб, однако такие методы нуждаются в проверке.

6 Методика определения

6.1 Исследуемая проба

Максимальный объем исследуемой пробы составляет 40мл. Такой объем является достаточным для определения концентрации нитрита до ρ_N =0,25мг/л. Можно использовать меньшие пробы для определения более высокой концентрации нитритов. Если лабораторная проба содержит вещества, находящиеся во взвешенном состоянии, им необходимо дать осесть, или следует профильтровать пробу через стекловолоконный фильтр перед отбором исследуемой пробы.

6.2 Определение концентрации нитрита

С помощью пипетки переносят выбранный объем исследуемой пробы в мерную колбу с вместимостью 50мл и при необходимости доводят водой до объема (40±2)мл.

Примечание: Необходимо всегда доводить объем исследуемого раствора до (40±2)мл, чтобы обеспечить соответствующую величину pH (после добавления реактива) для химической реакции.

С помощью пипетки добавляют 1,0мл окрашенного реактива (4.3). Тщательно перемешивают раствор и доводят его объем до заданной метки водой. Перемешивают и дают раствору отстояться. На этом этапе pH раствора должен быть 1,9±0,1 (см. 9).

Через 20 минут после добавления реактива измеряют поглощающую способность раствора при длине волны максимального поглощения 540нм, в кювете с соответствующей толщиной оптического слоя, используя воду в качестве эталонной жидкости.

Примечание: Если данный метод используется впервые, необходимо проверить длину волны максимального поглощения, и полученное значение использовать во всех последующих испытаниях.

6.3 Корректировка цвета

Если окраска (колориметрические характеристики) исследуемого раствора мешает измерению поглощающей способности/коэффициента поглощения, необходимо использовать резервную пробу исследуемого раствора, описанного в 7.2, однако вместо окрашенного реактива (4.3) добавляют 1,0мл раствора ортофосфорной кислоты (4.2).

6.4 Холостые испытания

Холостые испытания выполняют в соответствии с процедурой, описанной в 7.2, заменив исследуемый раствор (40±2)мл воды.

6.5 Построение калибровочного графика

С помощью бюретки переносят в 9 мерных колб вместимостью 50мл стандартный раствор нитрита (4.5) в объемах указанных в таблице 1.

Разбавляют содержимое каждой колбы водой до объема (40±2)мл, и используют их содержимое в соответствии с методикой, описанной в 7.2., начиная со 2-го параграфа и до конца, используя кюветы с толщиной оптического слоя, указанной в таблице 1.

Вычитают коэффициент поглощения, определенный для "нулевой" пробы, от коэффициентов поглощения, полученных для других стандартных растворов, и строят график зависимости коэффициентов поглощения от концентрации нитрита (в пересчете на) азот, для каждой толщины оптического слоя. График должен быть линейным и проходить через начало координат.

Таблица 1

Объемы стандартного раствора нитрита (4.5)	Масса нитритного азота, m_N	Толщина оптического слоя кюветы
Мл	Мг	Мм
0,00	0,00	10 и 40*)
0,50	0,50	40
1,00	1,00	10 и 40
1,50	1,50	40
2,00	2,00	40
2,50	2,50	10 и 40
5,00	5,00	10
7,50	7,50	10
10,00	10,00	10
*) могут также использоваться кюветы с толщиной оптического слоя 50мм.		

7 Обработка результатов

7.1 Методика расчета

Скорректированный коэффициент поглощения A_r исследуемого раствора определяют по формуле:

$$A_r=A_s-A_b,$$

а если проводилась корректировка цвета, с помощью по формуле:

$$A_r=A_s-A_b-A_c,$$

где

A_s - измеренный коэффициент поглощения исследуемого раствора;

A_b - коэффициент поглощения холостого раствора;

A_c - коэффициент поглощения раствора, приготовленного для корректировки цвета.

ПРИМЕЧАНИЕ: Величины A_s, A_b, A_c должны быть измерены с помощью кювет, имеющих ту же толщину оптического слоя, что и кювета, используемая для испытаний исследуемой пробы.

Исходя из скорректированного коэффициента поглощения A_s, с помощью калибровочного графика (7.5) для соответствующей толщины оптического слоя кюветы, определяют массу нитрита (в пересчете на) азот в микрограммах.

Концентрацию нитрита, выраженную в миллиграммах азота на литр, определяют по формуле:

$$\frac{m_N}{V}$$

где

m_N - масса (в микрограммах) нитрита азота, соответствующая скорректированному коэффициенту поглощения A_s;

V - объем в миллилитрах исследуемой пробы.

Результат может быть выражен в виде концентрации азота, рассчитанной на единицу объема раствора ρ_N, или нитрита ρ_{NO2}-, в миллиграммах на литр, или как концентрация ионов нитрита $c(NO_2^-)$, в микромолях на литр. Соответствующие переводные коэффициенты приведены в таблице 2.

Таблица 2

	σ_N	$\sigma_{NO_2^-}$	$c(NO_2^-)$
	мг/л	мг/л	μ моль/л
σ_N=1мг/л	1	3,29	71,4
$\sigma_{NO_2^-}$=1мг/л	3,04	1	21,7
$c(NO_2^-)$=1μ моль/л	0,014	0,046	1

ПРИМЕР:
Концентрация азота 1мг/л соответствует концентрации нитрита 3,29мг/л.

7.2 Точность
Повторяемость и воспроизводимость стандартных отклонений приведены в таблице 3.
Таблица 3*

	Концентрация нитрита, ρ_N мг/л	Объем исследуемой пробы мл	Толщина оптического слоя кюветы мм	Стандартное отклонение** (мг/л)	
				Повторяемость	Воспроизводимость
Стандартный раствор	0,000	40	40	0,0001...0,0003	–
Стандартный раствор	0,040	40	40	0,0002...0,0008	0,0002...0,0018
Стандартный раствор	0,40	40	10	0,0011...0,0054	0,003... 0,009
Стандартный раствор	1,60	5	10	0,002... 0,026	0,007... 0,040
Сточные воды	1,01	5	10	0,002... 0,020	0,004... 0,021
Морская вода	0,20	40	10	0,0003...0,0026	0,001... 0,004
Речная вода	0,30	25	10	0,0008...0,0116	0,002... 0,012

*) Информация получена в консорциуме исследовательских лабораторий Соединенного Королевства, насчитывающего 5 участников.

**) Верхние и нижние значения, получены в результате практической деятельности. Все величины имеют 14 степеней свободы.

8 Особый случай

В тех случаях, когда щелочность пробы высока настолько, что величина pH не достигает 1,9±0,1 после обработки исследуемой пробы и разбавления ее до 40мл перед разбавлением необходимо дополнительно добавить раствора ортофосфорной кислоты (4.2), чтобы получить необходимое значение pH. Однако метод допускает содержание гидрокарбоната до 300мг/л в исследуемой пробе 40мл без отклонения от установленного значения pH.

9 Комментарии к методике

Так как стандартные растворы нитрита могут стать нестабильными, концентрацию стандартного раствора нитрита (4.4) можно проверить следующим методом:

С помощью пипетки помещают 50мл стандартного титрованного раствора перманганата калия, с(1/5 $KmnO_4$)=0,01моль/л в коническую колбу вместимостью 250мл. В колбу добавляют (10±1)мл раствора серной кислоты концентрации 2,5 моль/л, и раствор тщательно перемешивают. Наполняют бюретку вместимостью 50 мл стандартным раствором нитрита (4.4) и устанавливают прибор таким образом, чтобы конец бюретки находился ниже уровня поверхности раствора перманганата калия в колбе. Титрируют раствор до тех пор, пока он не обесцветится. Фиксируют объем стандартного раствора нитрита, пошедшего на титрирование 50 мл стандартного титрованного раствора перманганата калия, с(1/5 $KmnO_4$)=0,01моль/л, эквивалентно 3,502мг азота. Таким образом, объем стандартного раствора нитрита (4.4), пошедшего на титрование составляет 35,00 мл. Стандартный раствор нитрита считается пригодным только в том случае, если его объем, пошедший на титрирование, находится в диапазоне 35,00±0,40мл.

10 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий международный стандарт;

б) все подробности, необходимые для полной идентификации пробы;

в) подробности, касающиеся хранения лабораторных образцов перед анализами;

г) подтверждение о повторяемости, наблюдаемой при использовании данного метода;

д) результаты и методика их представления;

е) описание любых отклонений от методики, приведенной в настоящем международном стандарте, или любые другие обстоятельства, которые могут повлиять на результаты.

Приложение А

Влияние веществ на результаты измерений

Вещество	Использованная соль	Масса вещества*, μг	Влияние**, оказываемое на определение		
			m_N=0 μг	m_N=1,00 μг	m_N=10,0 μг
Магний	Ацетат	1000	0,00	0,00	-0,07
Калий	Хлорид	100	0,00	0,00	-0,07
Калий	Хлорид	1000	0,00	-0,03	-0,13
Натрий	Хлорид	100	0,00	0,00	-0,02
Натрий	Хлорид	1000	0,00	-0,01	-0,13
Гидрокарбонат	Натриевая	6100(HCO_3^-)	0,00	+0,03	+0,01
Гидрокарбонат	Натриевая	12200(HCO_3^-)	0,00	+0,03	+0,06
Нитрат	Калиевая	1000(N)	0,00	0,00	-0,06
Аммоний	Хлорид	100(N)	0,00	-0,01	-0,03
Кадмий	Хлорид	100	0,00	-0,03	-0,03
Цинк	Ацетат	100	0,00	-0,04	0,00
Марганец	Хлорид	100	0,00	+0,04	-0,03
Железо (III)	Хлорид	10	0,00	+0,04	-0,03
Железо (III)	Хлорид	100	0,00	-0,06	-0,51
Медь	Ацетат	100	- 0,06	-0,06	-0,07
Алюминий	Сульфат	100	0,00	0,00	-0,03
Силикат	Натриевая	100(SiO_2)	0,00	0,00	-
Карбамид	-	100	0,00	+0,04	-0,09
Тиосульфат	Натриевая	100($S_2O_3^{2-}$)	0,00	-0,03	-0,82
Тиосульфат	Натриевая	1000($S_2O_3^{2-}$)	0,00	0,00	-0,77
Хлор	-	2(Cl_2)	0,00	-0,22	-0,25
Хлор	-	20(Cl_2)	- 0,01	-1,01	-2,81
Хлорамин	-	2(Cl_2)	-	-0,06	-0,07
Хлорамин	-	20(Cl_2)	- 0,01	-0,30	-2,78
Хлористый гидроксиламмонин		100	0,00	0,00	-0,01
Полифосфат натрия (гексаметофосфат)		50	0,00	-0,03	-0,82
Полифосфат натрия (гексаметофосфат)		500	0,00	-0,80	-8,10

*) Масса вещества, присутствующего в исследуемой пробе. Массу определяют для элемента или компонента, если иное не указано в скобках.

**) Максимальные количества, не оказывающие влияние: 0,00±0,02μг; 1,00±0,08μг; 10,00±0,14μг; (95% доверительный интервал).

УДК 628.1/3:620.1:543.3:543.42:546.173 МКС 13.060.50

Ключевые слова: вода, качество, исследование воды, химический анализ, определение содержания нитритов, молекулярная абсорбционная спектроскопия

Подписано в печать 30.01.2002. Усл. печ. Л. 0,9.
Формат 60х84/16 Заказ 10. Тираж 30.

gost.e-ecolog.ru