Код МКС: 13.060.50

СТ РК ИСО 7890-3-2006 «Качество воды. Определение нитрата. Часть 3. Спектрометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты»

В каком месте (раздел, пункт, подпункт, приложение, таблица, рисунок…)	Напечатано	Должно быть
1	2	3
Раздел «Область применения» Данный метод пригоден для анализа *сточной* и питьевой воды.	«сточной»	«проточной»
2 абзац пункта 8.3.2 «Выполнение определения» настоящего стандарта в части добавление величины щелочного раствора	«0,1 $см^3$»	«(10±0,1) $см^3$»

(ИУС №7-2014)

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТА
Часть 3. Спектрометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты

СТ РК ИСО 7890-3-2006

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 23 июня 2006 г. № 249

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7890-3-1988 «Качество воды. Определение нитрата. Часть 3. Спектрометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты»с дополнительными требованиями, учитывающие потребности экономики Республики Казахстан, которые выделены в тексте курсивом.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2011 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Республики Казахстан без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Назначение и область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	2
4	Сущность метода	2
5	Реактивы	2
6	Оборудование	3
7	Отбор проб	3
8	Методика определения	3
9	Обработка результатов измерений	4
10	Отчет о результатах измерений	5
	Приложение А Влияние мешающих веществ на этот метод	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТА
Часть 3. Спектрометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты

Water quality. Determination of nitrate.
Part 3. Spectrometric method using sulphosalicylic acid

Дата введения 2007.07.01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический метод определения нитрата в воде с использованием сульфосалициловой кислоты.

Данный метод пригоден для анализа сточной и питьевой воды.

1.1 Диапазон определения

Для концентрации нитратного азота C_N=0,2 мг/дм^3 при максимальном объеме пробы 25 см^3. Этот предел можно увеличить при меньших объемах пробы.

Верхний предел можно увеличить путем использования меньших объемов пробы или ее предварительным разбавлением.

1.2 Чувствительность[1)] метода

Чувствительность метода (минимальный предел обнаружения) составляет 0,003-0,013 мг/дм^3 нитратного азота, что установлено международными межлабораторными испытаниями.

1.3 Типичные величины погрешности мешающих веществ при использовании метода.

Подробные сведения по величинам погрешности ряда мешающих веществ, содержащихся в пробах воды, даны в приложении А, таблица А.1.

При работе с сильноокрашенными (цветными) пробами необходимо проводить корректировку светопоглощения (см. 8.5).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.423-81 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 20903-75 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования.

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

[1)] Данные получены из Великобритании, где проводили международные испытания в четырех лабораториях. Предел обнаружения принимали равным стандартному отклонению холостого опыта в пределах группы проб, умноженному на 4.65.

Издание официальное

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания.

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Аликвота: Точно измеренная кратная часть образца раствора, взятая для анализа.

3.2 Взвеси: Суспензии, в которых седиментация идет очень медленно из-за малой разницы в плотностях дисперсной фазы и дисперсионной среды.

4 Сущность метода

Метод основан на спектрометрическом измерении содержания соли нитросалициловой кислоты, окрашенной в желтый цвет, которая образуется в результате реакции сульфосалициловой кислоты с нитратом (при добавлении в пробу салицилата натрия и серной кислоты) с последующей обработкой щелочью.

Со щелочью добавляют динатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты ($EDTANa_2$) для предотвращения выпадения в осадок солей кальция и магния. Азид натрия добавляют для подавления помех, создаваемых нитритом.

5 Реактивы

При анализе используют только реактивы квалификации «чистые для анализа» (ч.д.а.) и только дистиллированную воду ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты

5.1 Серная кислота, с (H_2SO_4) = 18 моль/дм^3, ϱ = 1,84 г/см^3.

Предупреждение: При использовании H_2SO_4 необходимо защищать глаза и одежду.

5.2 Ледяная уксусная кислота, с (CH_3COOH) = 17 моль/дм^3, ϱ = 1,05 г/см^3.

Предупреждение: При использовании ледяной уксусной кислоты необходимо защищать глаза

и одежду.

5.3 Щелочной раствор, с (NaOH)= 200 г/дм^3,

с $\{[CH_2\text{-}N(CH_2COOH)CH_2\text{-}COONa]_2 \cdot 2H_2O\}$=50 г/дм^3.

Осторожно растворить (200 ± 2) г гранул гидроксида натрия в 800 см^3 воды. Добавить (50 ± 0,5) г ЭДТА $\{[CH_2\text{-}N(CH_2COOH)CH_2\text{-}COONa]_2 \cdot 2H_2O\}$и растворить. Охладить до комнатной температуры и добавить в мерный цилиндр воды до 1 дм^3. Хранить в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения этого реагента не ограничен.

Предупреждение: При использовании щелочного реагента необходимо защищать глаза и одежду.

5.4 Раствор азида натрия, с (NaN_3)=0,5 г/дм^3.

Осторожно растворить (0,05 ± 0,005) г азида натрия приблизительно в 90 см^3 воды и довести объем до 100 см^3 в мерном цилиндре. Хранить в стеклянной бутыли. Срок хранения этого реагента не ограничен.

Предупреждение: Этот реактив очень токсичен при попадании в организм. Контакт между твердым реагентом и кислотами приводит к выделению очень токсичного газа.

Примечание – Вместо раствора азида натрия можно использовать раствор сульфаминовой кислоты, с(NH_2SO_3H)=0,75 г/дм^3.

5.5 Раствор салициловокислого натрия с ($HO-C_6H_4-COONa$)=10 г/дм^3.

Растворить (1 ± 0,1) г салициловокислого натрия ($HO-C_6H_4-COONa$) в (100 ± 1) см^3 воды. Хранить раствор в стеклянной или полиэтиленовой бутыли. Раствор готовить заново ежедневно.

5.6 Нитрат. Основной стандартный раствор, с (N) =1000 мг/дм^3.

Растворить (7,215 ± 0,001) г нитрата калия (KNO_3) (предварительно просушенного не менее 2 часов при 105 єС) примерно в 750 см^3 воды. Количественно перелить в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и довести водой до метки.

Раствор хранить в стеклянном сосуде не более 2 месяцев.

5.7 Нитрат. Стандартный раствор, с (N)= 100 мг/дм^3.

Пипеткой внести 50 см^3 основного стандартного раствора (5.6) в мерную колбу вместимостью 500 см^3 с одной отметкой и довести объем водой до метки.

Раствор хранить в стеклянной бутыли не более 1 месяца.

5.8 Нитрат, рабочий стандартный раствор, с (N)=1 мг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 с одной отметкой внести пипеткой 5 см^3 стандартного раствора нитрата (5.7). Довести до метки. Раствор готовить заново для каждого определения.

6 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование, а также оборудование, указанное в 6.1-6.4.

6.1 Спектрометр, работающий на длине волны 415 нм и кюветы с длиной 40 или 50 мм.

6.2 Выпарительные чашки, вместимостью около 50 см^3. Новые или давно не используемые чашки следует тщательно промыть водой и затем очистить, как указано в первых двух абзацах пункта 8.3.2.

6.3 Водяная баня, кипящая, вместимостью не менее шести выпарительных чашек (6.2).

6.4 Водяная баня с термостатом до (25 ± 0,5) єС

6.5 Цилиндры мерные по ГОСТ 25336

6.6 Колбы мерные, вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336

6.7 Пипетки, вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29228

6.8 Стеклянные бутыли, по ГОСТ 23932

6.9 Кюветы, по ГОСТ 20903

6.10 Бюретки, по ГОСТ 29251

6.11 Весы, по ГОСТ 24104

6.12 Секундомеры, по ГОСТ 8.423

7 Отбор проб

Пробы следует отбирать в стеклянные сосуды. Их необходимо анализировать как можно быстрее после отбора. Хранение проб при (2 - 5) єС может удлинить сроки хранения проб многих типов, но время следует проверять для проб каждого типа.

8 Методика определения

8.1 Объемы проб и их обработка

Максимальный объем пробы для анализа при концентрации нитрата до с (N) = 0,2 мг/дм^3, составляет 25 см^3. При более высоких концентрациях нитрата следует использовать меньшие объемы пробы или проводить ее предварительное разбавление.

Пробы, содержащие взвесь, перед отбором аликвоты для измерения необходимо отстаивать. Осевшую взвесь отделяют на центрифуге или отфильтровывают через промытое стекловолокно. Слабощелочные и щелочные пробы с pH более 8 нейтрализуют уксусной кислотой (5.2).

8.2 Холостой опыт

Холостой опыт проводят параллельно с определением, используя (5,00 ± 0,05) $см^3$ воды вместо пробы. Измеренную абсорбцию обозначим, как A_b единиц.

8.3 Калибровка

8.3.1 Приготовление калибровочных растворов

В ряд чистых выпарительных чашек (6.2) добавляют из бюретки 1;2;3;4;5 $см^3$ соответственно, рабочего стандартного раствора нитрата (5.8). Это соответствует содержанию нитрата m (N)=1;2;3;4 и 5 мкг в соответствующей чашке.

8.3.2 Выполнение определения

Добавить (0,5 ± 0,005) $см^3$ раствора азида натрия (5.4) и (0,2 ± 0,002) $см^3$ уксусной кислоты (5.2). Выдержать не менее 5 мин, а затем выпаривать смесь досуха на кипящей водяной бане (6.3). Добавить (1 ± 0,01) $см^3$ раствора салициловокислого натрия (5.5), хорошо перемешать и выпарить смесь снова досуха. Снять чашку с водяной бани и дать ей остыть до комнатной температуры.

Добавить (1 ± 0,01) $см^3$ серной кислоты (5.1) и осторожно перемешивая, растворить остаток в чашке. Дать смеси отстояться около 10 мин. Затем добавить (10 ± 0,1) $см^3$ воды, а после этого 0,1 $см^3$ щелочного раствора (5.3).

Количественно перенести эту смесь в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ с одной отметкой, но не до самой метки. Поместить колбу в водяную баню (6.4) при (25 ± 0,5) єС на (10 ± 2) мин. Затем вынуть колбу и водой довести объем до метки.

8.3.3 Спектрометрические измерения

Измеряют светопоглощение раствора при 415 нм в кюветах L=40 или 50 мм с использованием для сравнения дистиллированной воды. Замеренное светопоглощение обозначим как A_s единиц.

Концентрация нитратного азота C_N = 0,2 мг/$дм^3$ дает абсорбцию около 0,68 единицы, при помощи использования пробы в 25 мл и кювет длиной 40 мм.

Примечание – Опыты показали, что светопоглощение окрашенных растворов не меняется в течение 24 ч.

8.3.4 Построение калибровочного графика

Вычесть светопоглощение холостого раствора из светопоглощения каждого калибровочного раствора и построить калибровочный график: светопоглощение относительно массы нитрата m (N) мкг. Проверить линейность графика и его прохождение через начало координат. Если этого нет, следует повторить калибровку.

8.4 Определение

Внести пипеткой в небольшую чашку для выпаривания (6.2) отбраную для измерения аликвоту (8.1) объемом V мл – так, чтобы аликвота содержала массу нитратного азота от m (N) = 1 до 5 мкг.

Затем действовать, как указано в 8.3.2 и 8.3.3.

8.5 Корректировка значения светопоглощения

Если есть подозрения, что в измерения светопоглощения пробы при аналитической длине волны вносится погрешность (это может происходить с сильно окрашенными пробами), то операции, описанные в 8.3.2 и 8.3.3 следует проводить на нескольких порциях пробы, но к одной из них не добавляют раствор салицилового натрия. Обозначим измеренное светопоглощение этой пробы как A_t единиц.

Предупреждение: В методике применяют концентрированную серную кислоту, уксусную кислоту, гидроксид натрия и растворы азида натрия. Это требует защиты глаз и одежды. Запрещено набирать растворы в пипетку ртом.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Метод расчета

Светопоглощение, вызываемое нитратом в анализируемой аликвоте A_r, вычисляют по формуле

$A_r = A_s - A_b$ (1)

или, после проведения корректировки светопоглощения пробы

$A_r = A_s - A_b - A_t$ (2)

В обоих уравнениях A_s, A_b и A_t относятся к пробе, холостому опыту и корректировке светопоглощения от погрешностей, соответственно (см. 8.2, 8.3.3 и 8.5).

Определить по калибровочному графику (8.3.4) массу нитрата, m(N) в микрограммах, соответствующую светопоглощению как значению Ar.

Содержание нитрата в пробе с (N), в мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C(N)=\frac{m(N)}{V} \quad (3),$$

где V – объем взятой аликвоты, в см^3;

m(N) – масса нитрата (в виде N), найденная по калибровочному графику

Таблица 1 - **Таблица пересчета**

Нитраты	**c(NO_3), ммоль/дм^3**	**c(NO_3), мг/дм^3**	**c(N), мг/дм^3**
c(NO_3) =1 ммоль/дм^3	1	62	14,01
c(NO_3) = 1 мг/дм^3	0,0161	1	0,226
c(N) = 1 мг/дм^3	0,0714	4,427	1

Коэффициент пересчета с концентрации нитратного азота на нитрат равен 4,427.

Пример - c(NO_3) =1 мг/дм^3 соответствует c(N) = 0,226 мг/дм^3.

9.2 Сходимость и воспроизводимость[1)]

Стандартные отклонения сходимости и воспроизводимости даны в таблице 2.

[1)] Информация получена из Англии по межлабораторным испытаниям в четырех лабораториях.

* Максимальные и минимальные значения определений. Все значения имеют 9 степеней свободы.

Таблица 2 - **Стандартные отклонения сходимости и воспроизводимости**

Проба	Содержание нитрата, с(N), мг/дм^3	Объем пробы, для анализа, см^3	Стандартное отклонение* мг/дм^3, с(N)	
			сходимости	воспроизводимости
Стандартный раствор (холостой опыт)	0,00	25	0,001 до 0,005	-
Стандартный раствор	0,20	25	0,003 до 0,011	0,005 до 0,011
Речная вода	4,40	1,0	0,07 до 0,22	0,07 до 0,48
Речная вода	9,18	0,5	0,13 до 0,54	0,16 до 0,98
Речная вода	10,0	0,5	0,06 до 0,09	0,06 до 0,12

10 Отчет о результатах измерения

Измерение должно включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) точную идентификацию пробы;

с) подробные сведения о хранении лабораторной пробы до анализа;

д) сведения о достигнутой сходимости в лаборатории при использовании этого метода;

е) результат в виде с(N) мг/дм^3 или с(NO_3) мг/дм^3 или в виде с(NO_3) в ммоль/дм^3;

ж) какие-либо отклонения от стандартной методики или какие-либо другие обстоятельства, которые могут повлиять на результат.

Приложение А

Таблица А.1

Влияние мешающих веществ на этот метод

Наименование вещества (выражены в единицах соединений в скобках)	**Количество мешающего вещества в 25 $см^3$ пробы, мкг**	**Влияние в мкг N мешающих веществ в 25 $см^3$ пробы при содержании в ней m(N), мкг**	
		0,00	**5,00**
1	2	3	4
Хлорид натрия (CL-)	10000	+0,03	-0,73
Хлорид натрия (CL-)	2000	+0,01	-0,16
Натрия гидрокарбонат (HCO_3-)	10000	-0,02	-0,52
Натрия гидрокарбонат (HCO_3-)	2000	-0,03	-0,18
Сульфат натрия (SO_4^2-)	10000	+0,04	+0,16
Натрия ортофосфат (PO_4^{3-})	1000	+0,30	-0,73
Натрия ортофосфат (PO_4^{3-})	100	+0,11	+0,17
Натрия силикат(SiO_2)	250	+0,15	+0,30
Хлорид кальция (Ca)	5000	+0,23	+0,38
Хлорид кальция (Ca)	2500	+0,02	-0,14
Ацетат магния (Mg)	5000	+0,14	+0,29
Ацетат магния (Mg)	2500	- 0,05	+0,12
Сульфат железа (III) (Fe)	20	+0,08	-0,02
Сульфат марганца (II) (Mn)	20	+0,92	+0,99
Сульфат марганца (II) (Mn)	5	+0,05	+0,13
Сульфат цинка (Zn)	20	-0,02	+0,07
Сульфат меди (Cu)	20	+0,03	+0,19
Ацетат свинца (Pb)	20	+0,02	+0,07
Сульфат алюминия (Al)	20	0,00	-0,02
Фторид калия (F-)	20	-0,07	-0,06
Хлорид аммония(NH_3 как N)	500	-0,12	-0,17
Цианид калия (CN)	20	+0,15	+0,01
Карбамид ($CO(NH_2)_2$)	50	+0,04	+0,13

Если другое вещество не оказывает влияния, то с 95% вероятностью будет ± 0,16 при m(N)=0,00 мкг; ± 0,20 при m(N) = 5,00 мкг.

МКС 13.060.50

Ключевые слова: вода, качество, спектрометрическое измерение, нитрат, выпаривание, светопоглощение

gost.e-ecolog.ru