ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ

Нитрат-иондарды анықтау әдісі

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Метод определения нитрат-ионов

ҚР СТ 2730-2015

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ

Нитрат-иондарды анықтау әдісі

ҚР СТ 2730-2015

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2015 жылғы 30 қарашадағы №253-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы Стандарт 30884350-02-53-10 Беттік, жер асты және ағынды сулар. Нитрат-ионның массалық концентрациясын анықтаудың потенциометриялық әдісі. KZ.07.00.01240-2010 өлшеулерді орындау әдістемесі ӨОӘ негізінде ISO 5725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values. мемлекетаралық стандартының талаптарын ескере отырып әзірленген.

4 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасының 2004 жылғы 9 қарашадағы № 603-II Заңының, «Қазақстан Республикасының тілдері туралы» Қазақстан Республикасының 1997 жылғы 11 шілдедегі № 151-I Заңының, «Өлшем бірлігін қамтамасыз ету туралы» Қазақстан Республикасының 2000 жылғы 7 маусымдағы № 53-II Заңының талаптары іске асырылған.

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2022 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

«Осы стандартқа енгізілген өзгерістер туралы ақпарат жыл сайын басылып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттары» ақпараттық сілтемесінде, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайын басылып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (ауыстырылған) немесе жойылған жағдайда, тиісті ақпарат ай сайын жарияланатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі

СУ САПАСЫ

Нитрат-иондарды анықтау әдісі

Енгізілген күні 2017-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт 0,60 -тан 620,00 мг/дм^3-ге дейінгі массалық концентрация ауқымында хлорид-иондардың 500 мг/дм^3 аспайтын мөлшері бар кезінде барлық су түрлерінде нитрат-иондардың массалық концентрациясын анықтаудың потенциометриялық әдісін белгілейді.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандарттарды қолдану үшін келесі сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 2.1-2009 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Терминдер мен анықтамалар

ҚР СТ 2.18-2009 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшеулерді орындау әдістемелері. Әзірлеу, метрологиялық аттестация, тіркеу және қолдану тәртібі.

ҚР СТ 2.79-2014 Қазақстан Республикасының Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Шет елде шығарылған заттар мен материалдардың қасиеті мен құрамының стандарттық үлгілері. Қолданысқа енгізу тәртібі. Негізгі ережелер.

ҚР СТ 1174-2003 Объектілерді қорғауға арналған өрт техникасы. Негізгі түрлері. Орналастыру және қызмет көрсету.

ҚР СТ ИСО 5667-1-2006 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 1-бөлім. Сынамаларды іріктеу бағдарламасын құру жөніндегі нұсқаулық.

ҚР СТ ИСО 5667-6-2008 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 6-бөлім. Өзен, бұлақтардан сынама іріктеу жөніндегі нұсқаулық.

ҚР СТ ИСО 5667-9-2013 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 9-бөлім. Теңіз суларының үлгісін алу жөніндегі нұсқаулық.

ҚР СТ ИСО 5667-10-2013 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 10-бөлім. Ағынды сулардың үлгісін алу жөніндегі нұсқаулық.

ҚР СТ ИСО 5667-11-2012 Судың сапасы. 11-бөлім. Сынамаларды іріктеу. Жер астындағы сулардың үлгісін алу жөніндегі нұсқаулық.

ҚР СТ ГОСТ Р 51592-2003 Су. Сынама іріктеуге қойылатын жалпы талаптар.

ҚР СТ ГОСТ Р 51593-2003 Ауыз су. Сынамаларды іріктеу.

ГОСТ 8.010-13 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Өлшеулерді орындау әдістемесі. Негізгі ережелер.

ГОСТ 8.315-97 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Заттар мен материалдардың құрамы мен қасиетінің стандарттық үлгілері. Негізгі ережелер.

ГОСТ 12.0.004-90 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Еңбек қауіпсіздігіне үйретуді ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ 12.1.004-91 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Өрт қауіпсіздігі. Жалпы талаптар.

ГОСТ 12.1.005-88. Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Жұмыс аймағының ауасына қойылатын жалпы санитарлық – гигиеналық талаптар.

ГОСТ 12.1.007-76. Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Зиянды заттар. Қауіпсіздіктің классификациясы және жалпы талаптары.

ГОСТ 12.1.019-79 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздік. Қорғау түрлерінің номенклатурасы және жалпы талаптары.

ГОСТ 17.1.5.04-81 Табиғатты қорғау. Гидросфера. Табиғи сулардың сынамасын іріктеу, алғашқы өңдеу және сақтауға арналған аспаптар және құрылғылар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 17.1.5.05-85 Табиғатты қорғау. Гидросфера. Судың үстіңгі қабаты мен теңіз суы, мұз және атмосфералық жауын-шашындардың үлгісін алуға қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық шыны өлшеуіш ыдыс. Цилиндрлер, мензуркалар, колбалар, пробиркалар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 4217-77 Азот қышқылды калий. Техникалық шарттары.

ГОСТ 4329-77 Алюмокалийлі ашаудас. Техникалық шарттары.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшем әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстық және прецизиондық). 6-бөлім. Тәжірибеде дәлдік мәндерін пайдалану.

ГОСТ 6359-75 Метрологиялық анероидты барографтар. Техникалық шарттары.

ГОСТ 6709-72 Дистилденген су. Техникалық шарттары.

ГОСТ 9147-80 Зертханалық фарфор ыдыс және жабдықтар. Техникалық шарттар.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгілеу қағазы. Техникалық шарттары.

ГОСТ 17792-72 Үлгілі қанықкан хлор күмістетілген салыстыру электроды, 2-разрядты.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразы. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Типтері, негізгі параметрлері және өлшемі.

ГОСТ 28498-90 Сұйықтықтық шыны термометрлер. Жалпы техникалық талаптар. Сынақ әдістері.

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835/1-81) Зертханалық шыны ыдыс. Градуирлеу тамшуырлары. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

Ескертпе - Осы стандартты қолдануда сілтеме стандарттардың қолданылуын жыл сайынғы басылып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінен ағымдағы жылғы жағдай бойынша және ағымдағы жылда ай сайын шығарылатын сәйкес ақпараттық көрсеткіштен тексерген жөн. Егер сілтемелік құжат ауыстырылған (өзгертілген) болса, осы стандартты қолдануда ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алған жөн. Егер сілтемелік құжат ауыстырусыз күші жойылған болса, онда оған сілтеме берілген ереже, осы сілтемені қозғамайтын бөлігінде қолданылады.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандарттағы терминдер [1], [2], [3], [4], ҚР СТ 2.1, ҚР СТ 2.18, ГОСТ 8.010 және ГОСТ ИСО 5725-6 бойынша қолданылады.

4 Өлшеу қателігінің жазылған сипаттамалары

4.1 Осы стандарт өлшеу нәтижелерін 1-кестеде келтірілген мәндерден аспайтын (P=0,95 және n=2 кезінде) дәлдік және (m=2) прецизиондық көрсеткішімен алуды қамтамасыз етеді.

Кесте 1 - Өлшеу қателігінің жазылған сипаттамалары

Шартты дециметрге миллиграмда

Нитрат-ионның массалық концентрациясы	Көрсеткіш			Шек	
	қайталанушылық, σ_r	жаңғырғыштық, σ_R	дәлдік ±Δ*	қайталанушылық, r	жаңғырғыштық, R
0,60 –тан 1,50 –ге дейін қоса алғанда	0,076	0,092	0,18	0,21	0,25
Артық 1,50 " 3,00 "	0,16	0,20	0,38	0,45	0,54
" 3,00 " 6,00 "	0,29	0,35	0,70	0,82	0,98
" 6,00 " 12,00 "	0,58	0,70	1,39	1,62	1,95
" 12,00 " 25,00 "	0,97	1,17	2,31	2,69	3,24
" 25,00 " 50,00 "	1,83	2,21	4,37	5,08	6,12
" 50,00 " 100,00 "	3,32	4,01	7,96	9,19	11,11
" 100,00 " 200,00 "	6,15	7,60	15,44	17,03	21,04
" 200,00 " 620,00 "	11,52	14,13	28,56	31,90	39,14

*1** - шамамен 0,95 сенімділік деңгейі үшін k=2 қамту коэффициенті кезінде өлшеу нәтижесінің U кеңейтілген белгісіздігіне сәйкес

5 Өлшем құралдары, қосалқы құрылғалар, реактивтер мен материалдар

5.1 Өлшем құралдары және стандарттық үлгілер

Зертханалық таразы, ГОСТ 24104 бойынша, өлшеу ауқымы 0,01 –ден 200 г-ге дейін, дәлдік тобы жоғары, қателік ± 0,0002 г.артық емес.

Әмбебап, өлшеу қателігінің шегі ± 0,1 мВ-нен аспайтын кез келген типті иномер (бұдан әрі - иономер) немесе pH-метр-милливольтметр (бұдан әрі - pH-метр) өлшеу қателігі ±0,02 ед. pH артық емес, мынадай электродтармен жиынтықта:

– Нитрат-селективті электрод, 6 мВ/pNO_3 аспайтын электрод мүмкіндігінің ауытқуымен.

– Хлор күмістелген салыстыру электроды, ГОСТ 17792 бойынша.

Аспирациялық психрометр, өлшеу ауқымы минус 25-тен плюс 50 °С-ке дейін, қателігі (± 0,1) °С.

Барометр-анероид, ГОСТ 6359-75 бойынша.

Сұйықтықтық шыны термометр, температура өлшеу ауқымы 0 °С -тен 100 °С-ке дейін, өлшеу қателігі ± 0,2 °С-тен аспайтын, ГОСТ 28498 бойынша.

Механикалық секундөлшегіш, уақыт есептеу ауқымы 60 мин-ге дейін, қателігі ± 1,8 с аспайтын.

Өлшеуіш колбалар 4-2-500-2, 4-2-1000-2, ГОСТ 1770 бойынша.

Тамшуырлар 3-2-2-10(50), ГОСТ 29227 бойынша.

Массалық концентрациясы (1,00 ± 0,05) мг/$см^3$ және салыстырмалы қателігі ± 1 % аттестатталған мәнмен нитрат-иондардың сулы ерітінділері құрамының стандарттық үлгісі (МСУ, МАСУ).

Ескертпе – МСУ типтері Қазақстан Республикасында ГОСТ 8.315 және ҚР СТ 2.79.сәйкес бекітілуі және қолданысқа жіберілуі тиіс.

Барлық өлшеу құралдары белгіленген мерзімде салыстырылып тексерілуі тиіс. Ұқсас немесе одан жақсы метрологиялық сипаттамалары бар басқа өлшеу құралдарын және стандарттық үлгілерді пайдалануға рұқсат етіледі.

5.2 Қосалқы жабдықтар мен материалдар

Зертханалық ыдыс:

– колбалар Кн-1-1000-34 ТХС, ГОСТ 25336 бойынша;

– стакан В(Н)-1(2)-50(100, 1000) ТХС, ГОСТ 25336 бойынша;

– фарфорлы, биік отбақыр 4,5, ГОСТ 9147 бойынша;

– кез келген типтегі эксикатор, ГОСТ 25336 бойынша;

Кептіру шкафы, температура ұстау ауқымы 0 °С –тен 350 °С –ке дейін.

Магниттік араластырғыш, 400-ден 1200 об./мин –қа дейін айналу жылдамдығын қамтамасыз ететін.

Сүзгілеу қағазы, ГОСТ 12026 бойынша.

Күлсізденген «ақ таспа», қағаз сүзгілер.

5.3 Реактивтер мен ерітінділер

Азот қышқылды калий, ГОСТ 4217 бойынша. х.т.

Алюмокалийлі ашудас, ГОСТ 4329 бойынша, концентрациясы 100 г/дм^3 ерітінді (буферлік ерітінді).

Дистилденген су, ГОСТ 6709 бойынша.

Басқа ұқсас немесе одан жоғары квалификациялы реактивтерді, басқа нормативті - техникалық құжаттама бойынша дайындалған, соның ішінде осы стандартпен белгіленген қателік сипаттамаларынан аспайтын өлшеу дәлдігін бақылауды орындаған жағдайда, басқа қосалқы жабдықтар мен материалдарды пайдалануға рұқсат етіледі.

6 Өлшеу әдісі

Беттік, жер асты, ағынды суларда нитрат-иондардың массалық концентрациясын өлшеуді нитрат-селективті электродты пайдалану арқылы потенциометриялық әдіспен орындайды. Әдіс индикаторлық электрод мүмкіндігінің зерттелетін сынаманың құрамына тәуелділігін тура өлшеуге негізделген. Градуирлеу кестесінің сипатына әсері буферлік ерітіндіні қосу арқылы жойылатын ерітіндінің иондық күші әсер етеді.

7 Қоршаған ортаны қорғауға қойылатын қауіпсіздік талаптары

7.1 Өлшеулерді орындау кезінде мына талаптарды:

– электрлік қондырғылармен жұмыс жасау кезіндегі электрлік қауіпсіздік, ГОСТ 12.1.007 бойынша;

– химиялық заттармен жұмыс кезіндегі қауіпсіздік техникасы, ГОСТ 12.1.007 бойынша;

– өлшеу құралдарын пайдалану жөніндегі нұсқаулықта көрсетілген қауіпсіздік техникасы бойынша ережелерді;

– зертханада қолданыстағы қауіпсіздік техникасы жөніндегі нұсқаулықты сақтайды.

7.2 Зертхана үй-жайы ГОСТ 12.1.004 бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес және ҚР СТ 1174 бойынша өрт сөндіру құралдары болуы тиіс.

Қызметкерлерді еңбек қауіпсіздігіне үйретуді ұйымдастыру ГОСТ 12.0.004 бойынша өткізілуі тиіс.

7.3 Жұмыс аймағының ауасындағы зиянды заттардың мөлшері

ГОСТ 12.1.005 бойынша нормадан аспауы тиіс.

7.4 Барлық жұмыстар жұмыс жасап тұрған желдеткіш қосылған сору шкафында өткізіледі.

7.5 Пайдаланылған ерітінділер белгіленген тәртіпте кәдеге жаратылуы тиіс.

8 Оператордың біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшемдерді орындау және талдау нәтижелерін өңдеу бойынша жұмыстарды өткізуге химиялық жоғары немесе орта арнаулы білімі бар немесе химиялық зертханада жұмыс өтілі бар, сәйкес нұсқаулықтан өткен, жаттығу барысында әдісті меңгерген және өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау үдерісін орындау кезінде қанағаттанарлық нәтиже көрсеткен мамандар жіберіледі.

9 Өлшеулерді орындау шарттары

Нитрат-иондардың мөлшерін өлшеуді мына жағдайларда өткізеді:

– ауа температурасы 10 °С -тен 35 °С-ке дейін;

– атмосфералық қысым 84,0 -ден106,7 кПа-ға дейін (630-дан 800 мм рт.б. дейін);

– ауа ылғалдылығы – температура 25 °С кезінде 80 % артық емес;

– желідегі кернеу (220±22) В;

– айнымалы ток жиілігі (50±1) Гц.

10 Сынамаларды сұрыптау және өлшеулерді орындауға дайындық

10.1 Сынама сұрыптау дәне дайындау

10.1.1 Судың сынамасын сұрыптауды, судың типіне байланысты ҚР СТ ИСО 5667-1, ҚР СТ ИСО 5667-6, ҚР СТ ИСО 5667-9, ҚР СТ ИСО 5667-10, ҚР СТ ИСО 5667-11, ҚР СТ ГОСТ Р 51592, ҚР СТ ГОСТ Р 51593, ГОСТ 17.1.5.04, ГОСТ 17.1.5.05 сәйкес өткізеді.

10.1.2 Судың сынамасын мұқият араластырады және дистилденген сумен жуылған «ақ таспа» сүзгісі арқылы сүзеді.

10.2 Ерітінділерді дайындау

10.2.1 Алюмокалийлі ашудас ерітінділерді дайындау, концентрациясы 100 г/дм^3 (буферлік ерітінді)

Массасы 100,00 г алюмокалийлі ашудас аспасын сыйымдылығы 1000 см^3 өлшеуіш колбаға орналастырады, шамамен 900 см^3 дистилденген

суды құяды, аспа толық ерігенше араластырады, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және мұқият араластырады.

10.2.2 Нитрат-иондардың ерітінділерін дайындау

10.2.2.1 Нитрат-иондардың 1-NO_3 ерітіндісі, концентрациясы 1 моль/дм^3 (62 г/дм^3)

Массасы 5,0550 г болатын, 2 сағат бойы (105 ± 5) °С температура кезінде кептірілген және эксикаторда салқындатылған азот қышқылды калий ертіндісін сыйымдылығы 500 см^3 өлшеуіш колбаға орналастырады, 200 см^3 азот қышқылдында ерітеді, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және араластырады.

1-NO_3 ерітіндісінің сақтау мерзімі – бір ай.

Ескертпе – 1-NO_3 ерітіндісін пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа сәйкес стандарттық үлгіден (МСУ, МАСУ) дайындауға рұқсат етіледі.

10.2.2.2 Нитрат-иондардың 2-NO_3 ерітіндісі, концентрациясы 0,1 моль/дм^3 (6,2 г/дм^3)

Сыйымдылығы 500 см^3 өлшеуіш колбаға 50 см^3 1-NO_3 ерітіндісін алады, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және араластырады.

2-NO_3 ерітіндісінің сақтау мерзімі – бір ай.

10.2.2.3 Нитрат-иондардың 3-NO_3 ерітіндісі, концентрациясы 0,01 моль/дм^3 (620 г/дм^3)

Сыйымдылығы 500 см^3 өлшеуіш колбаға 50 см^3 2-NO_3 ерітіндісін алады, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және араластырады.

3-NO_3 ерітіндісінің сақтау мерзімі – бір ай.

10.2.2.4 Нитрат-иондардың 4-NO_3 ерітіндісі, концентрациясы 0,001 моль/дм^3 (62 г/дм^3)

Сыйымдылығы 500 см^3 өлшеуіш колбаға 50 см^3 3-NO_3 ерітіндісін алады, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және араластырады.

4-NO_3 ерітіндісінің сақтау мерзімі – бір апта.

10.2.2.5 Нитрат-иондардың 5-NO_3 ерітіндісі, концентрациясы 0,0001 моль/дм^3 (6,2 г/дм^3)

Сыйымдылығы 500 см^3 өлшеуіш колбаға 50 см^3 4-NO_3 ерітіндісін алады, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және араластырады.

5-NO_3 ерітіндісінің сақтау мерзімі – бір апта.

10.2.2.6 Нитрат-иондардың 6-NO_3 ерітіндісі, концентрациясы 0,00001 моль/дм^3 (0,62 г/дм^3)

Сыйымдылығы 500 см^3 өлшеуіш колбаға 50 см^3 5-NO_3 ерітіндісін алады, белгіге дейін дистилденген сумен жеткізеді және араластырады.

5-NO_3 ерітіндісін жаңа дайындалған күйінде пайдаланады.

10.3 Иономер/рН-метрді өлшемдерді орындауға дайындау

10.3.1 Жұмыс басталуына дейін 30 минут қалғанда аспапты және сору желдеткішін қосу керек.

10.3.2 Аспапты жұмысқа дайындау қажет, иономер/рН-метр көрсеткіштерін (концентрация, белсенділік) қажетті режимге қою керек, өлшеу бірлігі аспаптың пайдалану нұсқаулығына сәйкес болып табылады.

10.3.3 Электродтарды паспортына сәйкес дайындау

10.4 Градуирлеу кестесін құру

10.4.1 Градуирлеу кестесін алу үшін сыйымдылығы 100 $см^3$ 4 химиялық стаканға тамшуырмен 50 $см^3$-дан 2-NO_3 – 6-NO_3,жиынтығынан дайындалған нитрат-ион ерітіндісін алады, тамшуырмен әрқайсысына 10 $см^3$-дан 10.2 бойынша алюмокалийлі ашудас ерітіндісін қосады, электродтарды минималды концетрациялы ерітіндіден бастай отырып, ерітіндіге батырады, ерітіндіні электромагниттік араластырғышпен үнемі араластыру кезінде милливольтта ерітінділердің ЭДС-ін өлшейді.

Ескертпе – өлшенетін концентрациялардың тар ауқымында жұмыс жасаған кезде, сәйкес өлшеу ауқымын қамтыған жағдайда градуирлеуді нитрат-иондарды, 2-NO_3 - 6-NO_3 жиынтығындағы бір немесе екі ерітіндісі бойынша өткізуге рұқсат етіледі.

ЭДС мәнін есептеуді тұрақты көрсеткішке қол жеткізгеннен соң 2-3 минуттан кейін бастайды. Электродтарды батыру тереңдігі тұрақты болуы тиіс. Электродты келесі ерітіндіге батыру алдында оны дистилденген сумен мұқият жуады және сүзгілеу қағазымен кептіреді.

Алынған деректер бойынша ЭДС ерітіндінің нитрат-иондар құрамына байланысты градуирлеу кестесін құрады.

10.4.2 Өлшеулерді 5-10 рет өткізгеннен кейін градуирлеу кестесінің тұрақтылығына тексеру өткізеді. Ол үшін арнайы дайындалған нитрат-иондардан дайындалған МСУ немесе градуирлеу кестесінің ауқымына кіретін нитрат-ионның градуирлеу кестесінің бір немесе одан артық ЭДС өлшейді. Талдау нәтижесінің ауытқуы зерттелетін ерітінділердің аттестатталған мәнінен 10 % аспауы тиіс. Бұл дерек бойынша өлшеулерді одан әрі жалғастыру немесе градуирлеу кестесін түзету қажеттілігі мүмкіндігі анықталады.

11 Өлшеулерді орындау

11.1 Сыйымдылығы 100 $см^3$ химиялық стаканға тамшуырмен өлшенген 50 $см^3$ зерттелетін суды, 10.1.2, және 10 $см^3$ бойынша дайындалған, 10.2 бойынша алюмокалийлі ашудас ерітіндісін орналастырады араластырады.

11.2 Ерітіндісі 11.1 бойынша алынған химиялық стаканды магниттік араластырғыштың алаңына орналастыралды, оған элетродтарды батырады және иономер/рН-метр тұрақты көрсеткішке (2 – 3 минуттан кейін) жеткеннен кейін аспаптың (ЭДС, мВ) көрсеткіштерін жазады. Сонымен қатар электродтар бату тереңдігінің тұрақты болуын қадағалау керек.

11.3 Сынаманың әр ерітіндісіндегі ЭДС-ті өлшеуді кем дегенде екі рет өткізеді. Сынама ерітіндісіндегі анықталатын компоненттің өлшенетін массалық концентрациясы құрылған градуирлеу тәуелділігінің шегінде болуы тиіс. Егер өлшеу нәтижесі құрылған градуирлеу тәуелділігінің шегінен асатын болса, онда сынаманы араластырады және 11.1-11.2 бойынша араласқан сынама өлшеуді өткізеді.

11.4 Градуирлеу кестесі бойынша талданатын ерітіндінің ЭДС (мВ) алынған шамасына сәйкес нитрат – иондар мөлшерінің мәнін анықтайды

11.5 Талдаудың барлық барысы бойынша бақылау тәжірибесін өткізеді.

12 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

12.1 Судағы нитрат-ионның массалық концентрациясын, X, мг/дм^3, мына формула бойынша есептейді:

$$X = \frac{M \cdot 62 \cdot V_1 \cdot 1000}{V_2} \qquad (1)$$

мұнда V_1 – сынама аликвотасы, см^3;

V_2 – араласқаннан кейінгі сынама көлемі, см^3;

62 – нитрат-ионның салыстырмалы молекулярлық массасы, г/моль;

M – градуирлеу кестесі бойынша табылған нитрат-ион мөлшері, моль/дм^3:

12.2 Өлшеу нәтижесі ретінде талданатын элементтің қайталанғыштық шегін қанағаттандыратын (X_1 және X_2) екі параллель өлшеудің орташа арифметикалығы қабылданады (Кесте 1).

12.3 Талдау нәтижесін есептейді және үтірден кейінгі мәнді цифрға дейін дөңгелетеді.

13 Өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау

13.1 Өлшеу нәтижесінің сапасын бақылауды қайталанғыштық, жаңғырғыштық және талдау нәтижесінің дәлдігіне жедел бақылау өткізу арқылы жүзеге асырады.

13.2 Қайталанғыштық жедел бақылауы

13.2.1 Қайталанғыштықтың жедел бақылауы нақты сынамаларды

пайдалану арқылы жүзеге асырылады, мұнда (n) параллель анықтаулардың ең кіші және ең үлкен нәтижелері арасындағы айырмашылық қайталанғыштық r,мына 1-кестеде көрсетілген мәнінен аспауы тиіс (2-шарт):

$$|X_{max} - X_{min}| \le r \qquad (2)$$

13.2.2 Шартты (2) орындаған кезде өлшеудің екі нәтижесі де жарамды болып есептеледі және соңғы нәтиже ретінде олардың жалпы орташа мәнін пайдаланады.

Ескертпе – Өлшеу нәтижесінің жарамдылығын тексеру әдісін ГОСТ ИСО 5725-6 5-тарауға сәйкес қолдануға рұқсат етіледі.

13.3 Жаңғырғыштық жедел бақылауы

13.3.1 Жаңғырғыштықтың жедел бақылауы нақты сынамаларды пайдалану арқылы жүзеге асырылады, мұнда жаңғырғыштық жағдайында алынған бір сынаманың (X_1) алғашқы және (X_2) қайталама талдау нәтижесінің арасындағы айырмашылық жаңғырғыштықтың мына мәнінен аспауы тиіс, R, (2-шарт):

$$|X_1 - X_2| \le R \qquad (3)$$

13.3.2 Шартты (3) орындаған кезде өлшеудің екі нәтижесі де жарамды болып есептеледі және соңғы нәтиже ретінде олардың жалпы орташа мәнін пайдаланады.

Ескертпе - Өлшеу нәтижесінің жарамдылығын тексеру әдісін ГОСТ ИСО 5725-6 5-тарауға сәйкес қолдануға рұқсат етіледі.

13.4 Дәлдіктің жедел бақылауы

Дәлдіктің жедел бақылауын екі тәсілмен өткізеді:

– стандарттық үлгіні пайдаланумен (СҮ);

– қоспа әдісімен.

13.4.1 СҮ пайдалану арқылы дәлдіктің жедел бақылауын СҮ мәнін аттестаттаумен СҮ талдау нәтижесін салыстыруда болып табылады. Талдау нәтижесінің сапасын (4) шарт орындалған кезде қанағаттанарлық деп есептейді:

$$|\overline{X} - C| \le \Delta, \qquad (4)$$

мұнда C_m –СҮ талдау нәтижесі, мг/дм^3;

$\overline{X}$ – СУ элементінің аттестатталған мөлшері, мг/дм^3.

Δ – 1-кестеде көрсетілген СУ аттестатталған мәніне сәйкес дәлдік көрсеткіші.

13.4.2 Қоспа әдісін пайдалану арқылы дәлдік жедел бақылауы

13.4.2.1 Қоспа әдісін пайдалану арқылы дәлдік жедел бақылауын $К_к$ жеке алынған бақылау процедурасының нәтижесін $К_д$ бақылау хъхпроцедурасымен салыстыру арқылы өткізеді.

13.4.2.2 Бақылау үшін үлгі ретінде жұмыс су сынамалары болып табылады. Бақылау үшін алынған су сынамасының көлемі әдістеме бойынша талдау өткізу үшін қажетке қарағанда екі еселенген көлемге сәйкес болуы тиіс. Сынаманың бір бөлігіне нитрат-ионның 2-NO_3 – 3-NO_3 ерітінділерінің қоспасын енгізеді.

13.4.2.3 Бастапқы сынамадағы қоспа мөлшері нитрат-ионның мөлшерінен 50 % -дан 100 %-ға дейін болуы тиіс. Қоспа көлемі сынама ерітіндісінің көлемінен 5 % -нан аспауы тиіс. Егер бастапқы сынамадағы нитрат-иондардың мөлшері өлшеу ауқымының төменгі шегінен аз болса, онда қоспа мөлшері өлшеу ауқымының төменгі шегінен 2-3 рет жоғары болуы тиіс.

13.4.2.4 Бақылау процедурасының нәтижесін $К_к$ мына (5) формула бойынша есептейді:

$$К_к = \left| X'_Л - X_л - C_д \right|, \quad (5)$$

мұнда $X_л$ – жұмыс сынамасындағы нитрат-иондардың массалық концентрациясының бақылау өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$X'_Л$ – таныс қоспалы сынамадағы нитрат-иондардың массалық концентрациясының бақылау өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$С_д$ – нитрат-иондар қоспасының өлшемі, мг/дм^3.

13.4.2.5 Дәлдік жедел бақылауының нормативін $К_д$ мына формула бойынша есептейді:

$$К_д = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X'}} + \Delta^2_{\overline{X}}}, \quad (6)$$

мұнда $\Delta_{\overline{X}}\left(\Delta_{\overline{X'}}\right)$ - өлшеу нәтижесі дәлдігінің көрсеткіші, 1-кесте бойынша сәйкесінше жұмыс сынамасы мен қоспалы сынамадағы нитрат-иондардың мөлшеріне сәйкес, мг/дм^3.

13.4.2.6 Бақылауы процедурасының сапасын мына (7) шарттарды орындаған кезде қанағаттанарлық деп есептейді:

$$\left| К_к \right| \le К_д, \quad (7)$$

13.5 Өлшеу нәтижесінің сапасын бақылауды қайталанғыштық, жаңғырғыштық және дәлдік бақылау нормативі шегінен асып кеткен жағдайда өлшеулерді қайталайды. Қайтадан нормативтер асып кеткен жағдайда қанағаттанғысыз нәтижелерге әкелетін себептер анықталады және оларды жояды.

13.6 Қайталанғыштық жедел бақылауын талдаудың әр нәтижесін алу кезінде өткізеді. Жаңғырғыштық және дәлдік жедел бақылауын айына 1 реттен кем емес рет, сондай-ақ жұмыста ұзақ уақыт үзіліс болғанда реактивтерді ауыстыру кезінде және талдау нәтижесіне әсерін тигізетін басқа өзгерістер орын алған жағдайларда өткізеді.

14 Өлшеу нәтижелерін ресімдеу

14.1 Құжаттардағы оны пайдалануды қарастыратын ($\overline{X}$) өлшеу нәтижесі (8) мына түрде көрсетіледі:

$$\overline{X} \pm \Delta, \qquad (8)$$

мұнда Δ – талдау нәтижесінің абсолюттік қателігі (дәлдік көрсеткіші) 1-кестеге сәйкес, мг/дм^3.

14.2 Құжаттардағы оны пайдалануды қарастыратын өлшеу нәтижесі (9) мына түрде көрсетіледі

$$P=0,95,\ k=2 \text{ үшін } \overline{X} \pm U \qquad (9)$$

мұнда U –сенімділік деңгейі шамамен, 1-кестеге сәйкес P=0,95 және қамту коэффициенті k=2, мг/дм^3 кезіндегі өлшеу нәтижесінің кеңейтілген белгісіздігінің мәні.

Библиография

[1] «Өлшем бірлігін қамтамасыз ету туралы» Қазақстан Республикасының Заңы 07.06.2000 ж. № 53-II.

[2] РМГ 43-2001 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. «Өлшем белгісіздігін көрсету жөніндегі нұсқаулық».

[3] РМГ 61-2010 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сандық химиялық талдау әдістемелерінің дәлдігі, дұрыстығы, прецизиондығы. Бағалау әдістері.

[4] РМГ 76-2004 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сандық химиялық талдау нәтижелерін ішкі бақылау.

ӘОЖ 543.25 **МСЖ 13.060**

Түйін сөздер: судың сапасы, өлшеудің потенциометриялық әдісі, нитрат-иондарды анықтау

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Метод определения нитрат-ионов

СТ РК 2730-2015

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 30 ноября 2015г. № 253-од

3 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ 30884350-02-53-10 Воды поверхностные, подземные, сточные. Потенциометрический метод определения массовой концентрации нитрат-иона KZ.07.00.01240-2010 с учетом требований межгосударственного стандарта ISO 5725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values.

4 В настоящем стандарте реализованы положения Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» № 603-II от 9 ноября 2004 года, Закона Республики Казахстан «Об обеспечении единства измерений» № 53-II от 7 июня 2000 года, Закона Республики Казахстан «О языках в Республике Казахстан» № 151-I от 11 июля 1997 года.

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2022 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Метод определения нитрат-ионов

Дата введения 2017-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический метод определения массовой концентрации нитрат-ионов во всех типах вод в диапазоне массовых концентраций от 0,60 до 620,00 мг/дм^3, в присутствии хлорид-ионов в количестве не более 500 мг/дм^3.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 2.1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Термины и определения.

СТ РК 2.18-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения.

СТ РК 2.79-2014 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов зарубежного выпуска. Порядок допуска к применению. Основные положения.

СТ РК 1174-2003 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды, размещение и обслуживание.

СТ РК ИСО 5667-1-2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ отбора проб.

СТ РК ИСО 5667-6-2008 Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и ручьев.

СТ РК ИСО 5667-9-2013 Качество воды Отбор проб. Часть 9. Руководство по отбору проб морской воды.

СТ РК ИСО 5667-10-2013 Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководство по отбору сточных вод.

Издание официальное

СТ РК ИСО 5667-11-2012 Качество воды. Часть 11. Отбор проб. Руководство по отбору проб грунтовых вод.

СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

СТ РК ГОСТ Р 51593-2003 Вода питьевая. Отбор проб.

ГОСТ 8.010-13 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения.

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия.

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 4217-77 Калий азотнокислый. Технические условия.

ГОСТ 4329-77 Квасцы алюмокалиевые. Технические условия.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ 6359-75 Барографы метеорологические анероидные. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 17792-72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

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

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных нормативных документов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим Стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины по [1], [2], [3], [4], СТ РК 2.1, СТ РК 2.18, ГОСТ 8.010 и ГОСТ ИСО 5725-6.

4 Приписанные характеристики погрешности измерений

4.1 Исполнение требований настоящего стандарта обеспечивает получение результатов измерений с показателями точности (при P=0,95 и n=2) и прецизионнности (m=2), не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Приписанные характеристики погрешности измерений

В миллиграммах на кубический дециметр

Массовая концентрация нитрат-иона	Показатель			Предел	
	повторяемости, σ_r	воспроизводимости, σ_R	точности ±Δ*	повторяемости, r	воспроизводимости, R
От 0,60 до 1,50 включ.	0,076	0,092	0,18	0,21	0,25
Св. 1,50 " 3,00 "	0,16	0,20	0,38	0,45	0,54
" 3,00 " 6,00 "	0,29	0,35	0,70	0,82	0,98
" 6,00 " 12,00 "	0,58	0,70	1,39	1,62	1,95
" 12,00 " 25,00 "	0,97	1,17	2,31	2,69	3,24
" 25,00 " 50,00 "	1,83	2,21	4,37	5,08	6,12
" 50,00 " 100,00 "	3,32	4,01	7,96	9,19	11,11
" 100,00 " 200,00 "	6,15	7,6	15,44	17,03	21,04
" 200,00 " 620,00 "	11,52	14,13	28,56	31,90	39,14

* - соответствует расширенной неопределенности U результата измерений при коэффициенте охвата k=2 для уровня доверия, примерно 0,95.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений и стандартные образцы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, диапазон взвешивания от 0,01 до 200 г, класс точности высокий, погрешность не более (± 0,0002) г.

Иономер универсальный с пределом допускаемой погрешности не более (± 0,1) мВ (далее – иономер) или pH-метр-милливольтметр (далее – pH-метр) с погрешностью измерений не более (±0,02) ед. pH, в комплекте с электродами:

– электрод нитрат-селективный с отклонением потенциала электрода не более 6 мВ/pNO_3;

– электрод сравнения хлорсеребряный по ГОСТ 17792.

Психрометр аспирационный с диапазоном измерений от минус 25 до плюс 50 °С, погрешностью (± 0,1) °С.

Барометр-анероид по ГОСТ 6359.

Термометр жидкостной стеклянный, диапазон измерений температуры от 0 °С до 100 °С, погрешность измерений не более (± 1) °С, по ГОСТ 28498.

Секундомер механический с диапазоном отсчета времени до 60 мин, с погрешностью не более (± 1,8) с.

Колбы мерные 4-2-500-2, 4-2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 3-2-2-10(50) по ГОСТ 29227.

Стандартный образец (ГСО, МСО) состава водных растворов нитрат-ионов с аттестованным значением массовой концентрации (1,00 ± 0,05) мг/см^3 и относительной погрешностью (± 1) %.

Примечание – Типы ГСО должны быть утверждены или допущены к применению в Республике Казахстан по ГОСТ 8.315 и СТ РК 2.79.

Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленные сроки. Допускается использование других средств измерений и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

5.2 Вспомогательное оборудование и материалы

Посуда лабораторная:

– колбы Кн-1-1000-34 ТХС по ГОСТ 25336;

– стакан В(Н)-1(2)-50(100, 1000) ТХС по ГОСТ 25336;

– фарфоровый тигель высокий 4,5 по ГОСТ 9147;

– эксикатор по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный, диапазон поддержания температуры от 0 °С до

350 °С.

Мешалка магнитная, обеспечивающая скорость вращения от 400 до 1200 об./мин.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

5.3 Реактивы и растворы

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, х.ч.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329, ч.д.а., раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3 (буферный раствор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, вспомогательного оборудования и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, при условии выполнения контроля точности измерений без превышения характеристик погрешности, устанавливаемых настоящим стандартом.

6 Метод измерения

Измерение массовой концентрации нитрат-иона в поверхностных, подземных, сточных водах выполняют потенциометрическим методом с использованием нитрат-селективного электрода. Метод основан на прямом измерении зависимости потенциала индикаторного электрода от состава исследуемой пробы. На характер градуировочного графика влияет ионная сила раствора, влияние которой устраняют добавлением буферного раствора.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При выполнении измерений соблюдают:

– требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;

– требования безопасности при работе с химическими веществами по ГОСТ 12.1.007.

– правила по технике безопасности, указанные в инструкциях по эксплуатации средств измерений;

– инструкцию по технике безопасности, действующую в лаборатории.

7.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по СТ РК 1174.

Организация обучения работающих безопасности труда должна производиться по ГОСТ 12.0.004.

7.3 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.005.

7.4 Все работы должны проводиться при исправной вытяжной вентиляции.

7.5 Отработанные растворы подлежат утилизации в установленном порядке.

8 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают персонал, имеющий высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод анализа в процессе обучения, и прошедший процедуры контроля точности измерений с положительным результатом.

9 Условия выполнения измерений

Измерения содержания нитрат-ионов проводят при следующих условиях:

- температура воздуха от 15 °С до 25 °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С;
- напряжение в сети (220 ± 22) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

10 Отбор проб и подготовка к выполнению измерений

10.1 Отбор и подготовка проб

10.1.1 Отбор проб вод, в зависимости от типа воды, проводят в соответствии с СТ РК ИСО 5667-1, СТ РК ИСО 5667-6, СТ РК ИСО 5667-9, СТ РК ИСО 5667-10, СТ РК ИСО 5667-11, СТ РК ГОСТ Р 51592, СТ РК ГОСТ Р 51593, ГОСТ 17.1.5.04, ГОСТ 17.1.5.05.

10.1.2 Пробу воды тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента», промытый дистиллированной водой.

10.2 Приготовление растворов

10.2.1 Приготовление раствора алюмокалиевых квасцов с концентрацией 100 г/дм^3 (буферный раствор)

Навеску алюмокалиевых квасцов массой 100,00 г помещают в мерную

колбу вместимостью 1000 $см^3$, приливают приблизительно 900 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения навески, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Для ускорения растворения раствор подогревают.

10.2.2 Приготовление растворов нитрат-ионов

10.2.2.1 Раствор 1-NO_3 нитрат-ионов с концентрацией 1 моль/$дм^3$ (62 г/$дм^3$)

Навеску калия азотнокислого массой 5,0550 г, высушенного при температуре (105 ± 5) °С в течение 2 часов и охлажденного в эксикаторе, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора 1-NO_3 - один месяц.

Примечание – Допускается готовить раствор 1-NO_3 нитрат-ионов из стандартного образца (категории ГСО, МСО) в соответствии с его инструкцией по применению.

10.2.2.2 Раствор 2-NO_3 нитрат-ионов с концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ (6,2 г/$дм^3$)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают 50 $см^3$ раствора 1-NO_3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора 2-NO_3 - один месяц.

10.2.2.3 Раствор 3-NO_3 нитрат-ионов с концентрацией 0,01 моль/$дм^3$ (620 мг/$дм^3$)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают 50 $см^3$ раствора 2-NO_3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора 3-NO_3 - один месяц.

10.2.2.4 Раствор 4-NO_3 нитрат-ионов с концентрацией 0,001 моль/$дм^3$ (62 мг/$дм^3$)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают 50 $см^3$ раствора 3-NO_3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора 4-NO_3 - одна неделя.

10.2.2.5 Раствор 5-NO_3 нитрат-ионов с концентрацией 0,0001 моль/$дм^3$ (6,2 мг/$дм^3$)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают 50 $см^3$ раствора 4-NO_3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора 5-NO_3 - одна неделя.

10.2.2.6 Раствор 6-NO_3 нитрат-ионов с концентрацией 0,00001 моль/$дм^3$ (0,62 мг/$дм^3$)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отбирают 50 $см^3$ раствора 5-NO_3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Раствор 6-NO_3 применяют свежеприготовленным.

10.3 Подготовка иономера/pH-метра к выполнению измерений

10.3.1 За 30 мин до начала работы включить прибор и вытяжную вентиляцию.

10.3.2 Подготовить прибор к работе, установить необходимый режим показаний иономера/pH-метра (концентрация, активность), единицы измерения в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

10.3.3 Подготовить электроды согласно паспорту завода-изготовителя.

10.4 Построение градуировочного графика

10.4.1 Для получения градуировочного графика в четыре химических стакана вместимостью 100 $см^3$ отбирают пипеткой по 50 $см^3$ приготовленных растворов нитрат-иона из комплекта 2-NO_3 – 6-NO_3, прибавляют пипеткой в каждый по 10 $см^3$ раствора квасцов алюмокалиевых по 10.2, погружают электроды в раствор, начиная с раствора с минимальной концентрацией, измеряют электродвижущую силу (далее ЭДС) растворов в милливольтах при постоянном умеренном перемешивании раствора электромагнитной мешалкой.

Примечание – При работе в узком диапазоне измеряемых концентраций допускается проводить градуировку по одному или двум растворам из комплекта 2-NO_3 - 6-NO_3 нитрат-ионов, при условии охвата соответствующего диапазона измерений.

Отсчет значения ЭДС начинают через 2 – 3 мин от достижения устойчивого показания. Глубина погружения электродов должна быть постоянной. Перед погружением в следующий раствор электрод тщательно промывают дистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости ЭДС (мВ) раствора от содержания нитрат-ионов.

10.4.2 Через 5 – 10 измерений проводят контроль стабильности градуировочного графика. Для этого измеряют ЭДС одного или более градуировочных растворов нитрат-иона, входящих в диапазон градуировочного графика, или специально приготовленных из ГСО растворов нитрат-иона. Отклонения результатов анализа не должны превышать 10 % от аттестованных значений исследуемых растворов. По этому факту устанавливают возможность продолжения измерений или необходимости коррекции градуировочного графика.

11 Выполнение измерений

11.1 В химический стакан вместимостью 100 см^3 помещают отмеренные пипетками 50 см^3 исследуемой воды, подготовленной по 10.1.2, и 10 см^3 раствора квасцов алюмокалиевых по 10.2, перемешивают.

11.2 Химический стакан с раствором, полученным по 11.1, устанавливают на площадку магнитной мешалки, погружают в него электроды и по достижению устойчивого показания иономера/pH-метра (через 2 – 3 минуты) записывают показания прибора (ЭДС, мВ). При этом необходимо следить за тем, чтобы глубина погружения электродов сохранялась постоянной.

11.3 Измерение ЭДС в каждом растворе пробы проводят не менее двух раз. Измеряемая массовая концентрация определяемого компонента в растворе пробы должна находиться в пределах построенной градуировочной зависимости. Если результат измерения выходит за пределы построенной градуировочной зависимости, то пробу разбавляют и проводят измерения разбавленной пробы по 11.1-11.2.

11.4 По градуировочному графику определяют значения содержания нитрат-иона, соответствующее полученной величине ЭДС (мВ) анализируемого раствора.

11.5 Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

12 Обработка результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию нитрат-иона в воде, X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле (1):

$$X = \frac{M \times 62 \times 1000}{V} \quad , \qquad (1)$$

где M – содержание нитрат-иона, найденное по градуировочному графику, моль/дм^3;

62 – относительная молекулярная масса нитрат-иона, г/моль;

V_1 – аликвота пробы, см^3;

V_2 – объем пробы после разбавления, см^3;

12.2 За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений (X_1 и X_2), удовлетворяющих пределу повторяемости (таблица 1).

12.3 Результат анализа вычисляют и округляют до второй значащей цифры после запятой.

13 Контроль качества результатов измерений

13.1 Контроль качества результатов измерений осуществляют путем проведения оперативного контроля повторяемости, воспроизводимости и точности результатов анализа.

13.2 Оперативный контроль повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляется с использованием реальных проб, при этом расхождение наибольшего и наименьшего результатов (n) параллельных определений не должно превышать предела повторяемости r, указанного в таблице 1 (условие 2):

$$|X_{max} - X_{min}| \leq r \qquad (2)$$

13.2.2 При выполнении условия (2) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют общее среднее значение.

Примечание – Допускается применять методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ ИСО 5725-6.

13.3 Оперативный контроль воспроизводимости

13.3.1 Оперативный контроль воспроизводимости осуществляют с использованием реальных проб, при этом расхождение первичного X_1 и повторного X_2 результатов анализа одной и той же пробы, полученных в условиях воспроизводимости, не должно превышать значения предела воспроизводимости R, указанного в таблице 1 (условие 3):

$$|X_1 - X_2| \leq R \qquad (3)$$

13.3.2 При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют общее среднее значение.

Примечание – Допускается применять методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ ИСО 5725-6.

13.4 Оперативный контроль точности

Оперативный контроль точности проводят двумя способами:

- с использованием стандартных образцов (СО);
- методом добавок.

13.4.1 Оперативный контроль точности с использованием СО состоит в

сравнении результата анализа СО с аттестованным значением СО. Качество результатов анализа признают удовлетворительным при выполнении условия (4):

$$\left|\overline{X} - C\right| \le \Delta, \qquad (4)$$

где $\overline{X}$ – результат анализа СО, мг/дм^3;

C – аттестованное содержание нитрат-иона в СО, мг/дм^3;

Δ – показатель точности, соответствующий аттестованному значению СО, указанный в таблице 1.

13.4.2 Оперативный контроль точности с использованием метода добавок

13.4.2.1 Оперативный контроль точности измерений с применением метода добавок проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K_е$.

13.4.2.2 Образцами для контроля являются рабочие пробы воды. Объем отобранной пробы воды для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. В одну из частей пробы вносят добавку растворов 2-NO_3 – 3-NO_3 нитрат-ионов.

13.4.2.3 Величина добавки должна составлять от 50 % до 100 % от содержания нитрат-ионов в исходной пробе. Объем добавки не должен превышать 5 % объема раствора пробы. Если содержание нитрат-ионов в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, то величина добавки должна в 2-3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

13.4.2.4 Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле (5):

$$K_к = \left|X'_л - X_л - C_д\right|, \qquad (5)$$

где $X_л$ – результат контрольного измерения массовой концентрации нитрат-ионов в рабочей пробе, мг/дм^3;

$X'_л$ – результат контрольного измерения массовой концентрации нитрат-ионов в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

$С_д$ – величина добавки нитрат-ионов, мг/дм^3.

13.4.2.5 Норматив оперативного контроля точности $K_е$ рассчитывают по формуле (6):

$$K_е = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X'}} + \Delta^2_{\overline{X}}}, \qquad (6)$$

где $\Delta_{\overline{X}}\left(\Delta_{\overline{X'}}\right)$ – показатели точности результатов измерений, согласно

таблице 1, соответствующие содержанию нитрат-ионов в рабочей пробе и в пробе с добавкой, соответственно, мг/дм^3.

13.4.2.6 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия (7):

$$|K_к| \le K_д, \quad (7)$$

13.5 При превышении пределов повторяемости, воспроизводимости и норматива контроля точности измерения повторяют. В случае повторного превышения нормативов выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

13.6 Оперативный контроль повторяемости проводят при получении каждого результата анализа. Оперативный контроль воспроизводимости и точности проводят не реже 1 раза в месяц, а также при смене реактивов, после длительного перерыва в работе и других изменениях, влияющих на результаты анализа.

14 Оформление результатов измерений

14.1 Результат измерения ($\overline{X}$) в документах, предусматривающих использование, представляют в виде (8):

$$\overline{X} \pm \Delta, \quad (8)$$

где Δ – абсолютная погрешность результата анализа (показатель точности), в соответствии с таблицей 1, мг/дм^3.

14.2 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде (9):

$$\overline{X} \pm U \text{ для } P=0,95, k=2 \quad (9)$$

где U – значение расширенной неопределенности результата измерений для уровня доверия, примерно, P=0,95 и коэффициента охвата k=2, мг/дм^3, в соответствии с таблицей 1.

Библиография

[1] Закон «Об обеспечении единства измерений» от 7 июня 2000г. № 53-II.

[2] РМГ 43-2001 Государственная система обеспечения измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений».

[3] РМГ 61-2010 Государственная система обеспечения измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки.

[4] РМГ 76-2004 Государственная система обеспечения измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

УДК 543.25 **МКС 13.060**

Ключевые слова: качество воды, потенциометрический метод измерений, определение нитрат-ионов

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru