ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы
Аммоний құрамын анықтау
1-бөлім
СПЕКТРОМЕТРЛІК ҚОЛ ӘДІСІ

Качество воды
Определение содержания аммония
Часть 1
РУЧНОЙ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

ҚР СТ ISO 7150-1-2013

ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы

Аммоний құрамын анықтау

1-бөлім

СПЕКТРОМЕТРЛІК ҚОЛ ӘДІСІ

ҚР СТ ISO 7150-1-2013

ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» РМК және ТК 78 «Құрылыс материалдары мен бұйымдары» стандарттау жөніндегі техникалық комитеті («ИННОБИЛД» ЖШС базасында) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 12 тамыздағы №427-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium -Part 1 : Manual spectrometric method Су сапасы. Аммоний құрамын анықтау. 1-бөлім. Спектрометрлік қол әдісі) халықаралық стандартымен бірдей. ISO 7150-1 халықаралық стандартты ISO/TC 147 Су сапасы техникалық комитеті дайындады

Аудармасы ағылшын тілінен (en)

Осы ұлттық стандарт дайындалған еуропалық стандарттардың ресми даналары және сілтеме берілген еуропалық стандарттар Мемлекеттік техникалық регламенттер және стандарттар қорында бар

Сәйкестік дәрежесі - бірдей (IDT)

4 Осы стандартта Қазақстан Республикасы заңдарының нормалары іске асырылған:

2004 жылғы 9 қарашасындағы №603-II Техникалық реттеу туралы;

Техникалық регламент:

2010 жылғы 17 қарашадағы №1202 Ғимараттардың және үймараттардың, құрылыс материалдары мен бұйымдарының қауіпсіздігі туралы

2007 жылғы 29 желтоқсандағы №1398 «Лак-бояу материалдарына және еріткіштерінің қауіпсіздігіне қойылатын талаптар».

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2018 жыл

ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

6 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Қазақстан республикасының стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні – ай сайынғы «Қазақстан Республикасының ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған немесе ауыстырған (жойған) жағдайда, тиісті ақпарат «Қазақстан Республикасының ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы
Аммоний құрамын анықтау

1-бөлім

СПЕКТРОМЕТРЛІК ҚОЛ ӘДІСІ

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

1.1 Анықталатын зат

Осы стандарт судағы аммоний мөлшерін қолмен спектрометриялық әдіске таралады.

ЕСКЕРТПЕ Аммоний мөлшерін анықтаудың автоматтандырылған спектрометриялық әдісі ISO 7150-2 келтірілген.

1.2 Үлгі типі

Әдіс ауыз суды талдау үшін, бірақ тазартылмаған және ағынды сулар үшін ең үлкен дәрежеде қолданылады, қолданар алдында шамадан тыс боялған немесе тұздалған суды оны дистияциялауды жүргізу қажет (10-бөлімді қараңыз).

Бұрмалау кезінде талдау нәтижелерін 9-бөлімнен қараңыз.

1.3 Ауқым

1 мг/дм^3 дейін аммоний азотының концентрациясы, ϱ_N, 40 см^3 зерттелетін көлемге тең максимал көлемін қолдану арқылы анықталуы мүмкін. өте жоғары концентрациялар аз көлемді қолдану арқылы анықталады.

1.4 Айқындау шегі

40 мм оптикалық қабат қалыңдығы және 40 см^3 көлемі бар кюветті қолдану кезінде анықтау шегінің зерттелетін үлесі 0,003 -тен 0,008 мг/дм^3 дейін тең ϱ_N ауқымда болады.

1.5 Сезімталдық [1)]

40 см^3 зерттелетін үлесті және 0,200 мг/дм^3 тең 40 мм, ϱ_N, оптикалық қабат қалыңдығы бар кюветті қолдана отырып 0,69 бірліктеріне жуық сіңіруін береді.

40 см^3 зерттелетін үлесті және 0,750 мг/дм^3 тең 10 мм, ϱ_N, оптикалық қабат қалыңдығы бар кюветті қолдана отырып 0,65 бірліктеріне жуық сіңіруін береді.

2 Нормативтік құжаттар

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік құжаттар қажет. Күні көрсетілмеген сілтемелер үшін сілтемелік құжаттың соңғы басылымын қолданады (оның барлық өзгерістерін қоса):

ISO 5664:1984 Water guality - Determination of ammonium -Distillation and titration method (Су сапасы – Аммонийді анықтау. Дистилляциялау және титрлеу әдісі).

[1)] Бес қатысушылардың қатысуымен Біріккен Корольдіктің зертханааралық зерттеулерден алынған деректер.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде жыл сайын шығарылатын ағымдағы жылдағы жағдайға «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» және ағымдағы жылы жарияланған, ай сайын шығарылатын ақпараттық көрсеткіштерге сәйкес келетін ақпараттық көрсеткіш бойынша сілтемелік стандарттардың қолданысын тексерген дұрыс болады. Егер сілтеме құжаты ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдалану кезінде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжаты ауыстырусыз күшін жойған болса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемеге әсер етпейтін бөлікте пайдаланылады.

3 Әдісті сипаттау

Спектрометриялық әдістің маңыздылығы натрий нитропентацианоферрат натрий (Ш) (натрий нитропруссид) қатысуымен салицилат және гипохлорит аниондары бар аммоний иондарымен түзілген 655 нм көгілдір қосылыстың толқынының ұзындығы кезінде сіңіруді өлшеуге жасалады.

Гипохлорит иондары *N* сілтілік гидролиз жолымен *N*'-дихлор-1,3,5-триазин-2, 4, 6 (1Н, 3Н, 5Н)-трион, натрий тұзы (натрий дихлоризоцианураты) жасалады. Натрий салицилаты бар хлорамин реакциясы натрий нитропруссидтің болуында pH 12,6 кезінде болады. Үлгіде болатын хлораминдердің кез келгені мөлшерлі анықталады. Натрий цитраты көбінесе кальций және магний катиондарынан нәтижелердің бұрмалануын жасыру үшін реагентке қосылады.

4 Реактивтер

Талдау барысында 4.1 сипатталғандай тәсілмен дайындалған суды және аналитикалық сападағы реактивтер қолданылады.

4.1 Төмендегі әдістердің бірімен дайындалған аммонийді құрайтын су.

4.1.1 Ионды алмасу әдісі

Күшті катион ауысымды қарамайы бар хроматографиялық бағана арқылы (сутек үлгісінде) дистилденген суды өткізеді және жақсы келтірілген шыны тығынымен жабдықталған шыны бөтелкеге аластандыны жинайды. Шамамен 10 г осы қарамайды әр $дм^3$ жиналған аластандыны сақтау үшін қосады.

4.1.2 Дистилляциялау әдісі

(0,10 ± 0,01) $см^3$ күкірт қышқылын (ϱ = 1,84 г/$см^3$) (1000 ± 10) $см^3$ дистилденген суға қосады және шыны жабдығы арқылы барлығын қайталау айдауынан өтеді. Бірінші 50 $см^3$ дистиллятты жоққа шығарады, ал содан кейін жақсы келтірілген шыны тығынымен жабдықталған шыны бөтелкеге дистилляттты жинайды. Шамамен 10 г күшті катион алмасқан қарамайды (сутекті үлгіде) алынған дистилляттың әр литріне қосады.

4.2 Бояйтын реактив

Бір бөлуі бар 1000 $см^3$ сыйымдылықтағы өлшеу құтысындағы суда (130 ± 1) г салицил қышқылды натрийді ($C_7H_6O_3Na$) және (130 ± 1) г натрий цитрат дигидратын ($C_6H_5O_7Na_3 \cdot H_2O$) ерітеді (4.1 қараңыз). Шамамен 950 $см^3$ дейін сұйықтықтың жалпы көлемін жеткізу үшін жеткілікті су мөлшерін қосады, ал содан кейін (0,970 ± 0,005) г нитросопентацианоферрат (Ш) дигидрат натрийді (натрий нитропруссиді, $[Fe(CN)_5NO]Na_2 \cdot 2H_2O$} қосады. Тұнбаны ерітеді, ал содан кейін бөлуге дейін суды қосады.

Күңгірт шыныдан жасалған бөтелкеге сақтау кезінде осы реактив екі апта бойы тұрақты.

4.3 Натрий дихлоризоцианураты, ерітінді.

(32,0 ± 0,1) г натрий гидроксидін (500 ± 50) $см^3$ суда ерітеді (4.1 қараңыз). Ерітіндіні бөлме температурасына дейін салқындатады және (2,00 ± 0,02) г натрий дихлоризоцианурат дигидратты ($C_3N_3O_3CI_2Na·2H_3O$) ерітіндіге қосады. Тұнбаны ерітеді және ерітіндіні 1000 $см^3$ сыйымдылықтағы өлшеу құтысына ауыстырады және белгіге дейін сумен құйып жеткізеді. Белгіленген белгіге дейін сумен сұйылтады.

Күңгірт шынылы бөтелкеде сақтау кезінде осы реактив екі апта бойы тұрақты.

4.4 Аммоний азоты, стандартты ерітінді,

ϱ_N = 1000 $мг/дм^3$

(3,819 ± 0004) г аммоний хлоридін (2 сағат бойы 105 °С кезінде кептірілген) шамамен 800 $см^3$ суда (4.1 қараңыз) белгісі бар 1000 мл сыйымдылықтағы өлшеу құтысына ерітеді.

1 $см^3$ осы стандартты ерітінді 1 мг аммоний азотын құрайды.

Тығыз қақпақты бөтелкеде сақтау кезінде осы реактив бір ай бойы тұрақты.

4.5 Аммоний азоты, стандартты ерітінді,

ϱ_N = 100 $мг/дм^3$

100 $см^3$ аммоний азотының стандартты ерітіндісін (4.4 қараңыз) тамызғышпен 1000 $см^3$ белгісі бар өлшеу құтысына өлшеп салады. Белгіге дейін сумен сұйылтады.

1 мл осы стандартты ерітінді 0,1 мг аммоний азотын құрайды.

Тығыз қақпақты бөтелкеде сақтау кезінде осы реактив бір апта бойы тұрақты.

4.6 Аммоний азоты, стандартты ерітінді, ϱ_N = 1 $мг/дм^3$

1 $см^3$ аммоний азотының стандартты ерітіндісін тамызғышпен (4.5) 100 $см^3$ белгісі бар өлшеу құтысына өлшеп салады. Белгіге дейін сумен сұйылтады.

1 $см^3$ осы стандартты ерітінді 1 мкг аммоний азотты құрайды.

Осы ерітіндіні қолданар алдында тікелей дайындайды.

4.7 Жуу ерітіндісі

(100 ± 2) г калий гидроксидін (100 ± 2) $см^3$ суда ерітеді. Ерітіндіні салқындатады және (900 ± 50) $см^3$ 95-пайыздық (V/V) этанолды қосады.

Ерітіндіні полиэтилен бөтелкеде сақтайды.

5 Жабдық

Зертханалық жабдық қолданады және

5.1 Оптикалық қабаты 10 мм және 50 мм арасында қалыңдығы бар кюветтермен 655 нм толқын ұзындығы кезінде жұмыс істеуге қабілетті спектрометр.

5.2 Водяная ванна или инкубатор, (25 ± 1) °С температураны ұстауға қабілетті су моншасы немесе инкубатор.

ЕСКЕРТПЕ ШЫНЫДАН ЖАСАЛҒАН БҰЙЫМДЫ ТАЗАРТУ ЖӨНІНДЕ

Барлық шыны бұйымдар тазарту ерітіндісін қолдану арқылы мұқият тазартылуға тиіс (4.7 қараңыз), содан кейін оларды сумен мұқият шайған жөн (4.1 қараңыз).

6 Сынамаларды және сынаманы іріктеу

Зертханалық сынамалар полиэтилен немесе шыны бөтелкелерге жинауға тиіс. Олар тезірек зерттелуге тиіс, не болмаса зерттеу алдында 2 °С -тан 5 °С дейін температура кезінде сақталады. pH < 2 дейін күкірт қышқылымен қышқылдандыру, егер кез келген

атмосфералық аммиакты сіңіру арқылы қышқылдандырылған үлгіні болдырмау мүмкін болса, сақтандыру шарты ретінде қолданылуы мүмкін.

7 Сынау әдісі

7.1 Сынама көлемі

Сынаманың максимал көлемі ϱ_N = 1 мг/дм^3 дейін аммоний азот концентрациясын анықтау үшін қолданылуы мүмкін 40 см^3 құруға тиіс.

Сынамалардың аз көлемдері аммоний азотының өте жоғары концентрациясын анықтау үшін қолданылуы мүмкін. Өлшенген заттарды құрайтын зертханалық үлгілер зерттеу үшін сынаманы қабылдау алдында шыны талшықтан жасалған алдын ала жуылған қағаз арқылы тұнуға немесе сүзгіленуге тиіс. Альтернатива ретінде алдын ала дистилденген үлгілер қолданылуы мүмкін (10-бөлімді қараңыз).

7.2 Сынауға арналған ерітіндіні дайындау

Сынама көлемін тамызғышпен (7.1 қараңыз) 50 см^3 бір белгісі бар өлшеу құтысына өлшеп алады және қажетіне қарай (40 ± 1) см^3 дейін сумен сұйылтады (4.1 қараңыз).

7.3 Анықтау

7.3.1 Сіңіретін қосылыстың түзілуі

Боялған реактивті (4,00 ± 0,05) см^3 сұйылтады (4.2 қараңыз) және мұқият араластырады. Содан кейін (4,00 ± 0,05) см^3 натрий дихлоризоцианурат ерітіндісін сұйылтады (4.3 қараңыз) және мұқият араластырады.

ЕСКЕРТПЕ Қосқаннан кейін ерітіндінің pH деңгейі (12,6 ± 0,1) құрайды. Қышқылдық немесе сілтілік экстремумдары үлгіде ауытқуға әкелуі мүмкін.

Белгіге дейін сумен сұйылтады (4.1 қараңыз). Құтыны мұқият шайқайды және оны (25 ± 1) °С температураны ұстай отырып су моншасына салады (5.2 қараңыз).

ЕСКЕРТПЕ Су моншасының басқа температуралары қолданылуы мүмкін, бірақ барлық өлшеулер мен калибрлеу осы температура кезінде жүргізілуге тиіс (± 1 К шегінде).

7.3.2 Спектрометриялық өлшеу

60 минут өткен соң құтыны су моншасынан алады және эталон кюветіндегі судың оптикалық қабатының тиісті қалыңдығы бар кюветте 655 нм жуық толқын ұзындығы кезінде максимал абсорбциясы ерітіндісінің оптикалық тығыздығын өлшейді (4.1 қараңыз).

ЕСКЕРТПЕ Максимал сіңіру толқынының ұзындығы бірінші өлшеу кезінде осы әдісті қолдануда тексерілуге тиіс және барлық жүйелі өлшеулерде қолданылуға тиіс.

7.4 Бақылау сынауы

7.2 және 7.3 сипатталған әрекеттерді, бірақ сынаманың белгіленген көлемінің орнына (40 ± 1) мл суды қолдану арқылы орындайды.

7.5 Калибрлеу

7.5.1 Калибрлеу ерітінділерінің жиынын дайындау

Бюретканың көмегімен бір белгісі бар тоғыз 50 $см^3$ өлшеу құтыларының сериясы үшін 1-кестеде көрсетілгендей аммоний азотының стандартты ерітінділерінің (4.6 қараңыз) қосады.

Қажеттілік жағдайда (40 ± 1) $см^3$ көлемін алу үшін суды қосады (4.1 қараңыз).

7.5.2 Сіңіру қосылыстарының түзілуі (7.3.1 қараңыз).

7.5.3 Спектрометриялық өлшеулер

Сіңіруді өлшеу үшін, 1-кестеде көрсетілгендей оптикалық қабаттың қалыңдығы бар кюветтерді қолдана отырып 7.3.2 сәйкес әрекет жасау керек.

1-кесте – Калибрлеу сериясында қолдану үшін стандартты ерітінділердің көлемдері

Стандартты ерітінді көлемі (4.6 қараңыз), $см^3$	Аммоний азотының массасы m_N, мкг	Кюветтің оптикалық қабатының қалыңдығы, мм
0,00*	0	10 және 40**
2,00	2	40
4,00	4	40
6,00	6	40
8,00	8	40
10,00	10	10
20,00	20	10
30,00	30	10
40,00	40	10

* нөлдік мән.

** 50 мм оптикалық қабатының қалыңдығы бар кювет қолданылуы мүмкін.

7.5.4 Калибрлеу кестесінің құрылымы

Басқа калибрлеу ерітінділерінен алынған сіңіруден нөлдік мәндерді сіңіру анықталады. Кюветтің оптикалық қабатының әр қалыңдығы үшін аммоний азотының m_N, массасы бойынша сіңіру кестесін құрады. Осы кесте сызықтың болуға тиіс және координаттардың басы арқылы өтуге тиіс.

8 Нәтижелердің өрнектелуі

8.1 Есептеу әдісі

Сынама көлеміндегі аммоний есебінен сіңіру, A_r, (1) формула бойынша анықталады:

$$A_r = A_s - A_b, \quad (1)$$

мұндағы A_s – сынау ерітіндісін сіңіру (7.3.2 қараңыз);
A_b – бақылау сынау ерітіндісін сіңіру (7.4 қараңыз).

ЕСКЕРТПЕ A_s және A_b нақты сынамалар үшін оптикалық қабаттың біркелкі қалыңдығы бар кюветтерде өлшенуге тиіс.

Аммоний азот мөлшері, ϱ_N, миллиграммен дм^3 (2) формула бойынша есептеледі:

$$\frac{m_N}{V}, \quad (2)$$

мұндағы m_N – кюветтің оптикалық қабат тиісті қалыңдығы үшін A_r және калибрлеу кестесі (7.5.4 қараңыз) бойынша анықталған аммоний азот микрограммаларындағы масса;
V – сынама көлемі, см^3.

ϱ_N аммиакқа және аммоний концентратына түрленуге арналған 2-кестені қараңыз.

2-кесте – Түрлену кестесі

	ϱ_N, мг/дм^3	ϱ_{NH_3}, мг/дм^3	$\varrho_{NH_4^+}$, мг/дм^3	$c(NH_4^+)$, μмоль/дм^3
ϱ_N = 1 мг/дм^3	1	1,216	1,288	71,4
ϱ_{NH_3} = 1 мг/дм^3	0,823	1	1,059	58,7
$\varrho_{NH_4^+}$ = 1 мг/дм^3	0,777	0,944	1	55,4
$c(NH_4^+)$ = 1 μмоль/дм^3	0,014	0,017	0,018	1

МЫСАЛ Аммоний иондарының концентрациясы $\varrho_{NH_4^+}$ 1 мг/дм^3 азоттың концентрациясына 0,777 мг/дм^3 сәйкес келеді.

8.2 Дәлдік

Қайталанушылықтың және жаңғыртушылықтың стандартты ауытқуы 3-кестеде белгіленген.

9 Нәтижелердің бұрмалануы

Осы әдістің көмегімен нәтижелердің мүмкін болатын бұрмалануына қатысты су сынамаларында жиі кездесетін заттардың қатарын зерттелген. Егжей-тегжейлі А қосымшасында келтірілген. Қатты бұрмалаулар анилин мен этаноламинге бола ғана

кездеседі және жалпы бастапқы аминдерде күтілетін бұрмалауды ұсынады. Алайда, мұндай заттар су сынамаларындағы біршама концентрациялар кезінде сирек кездеседі.

Қышқылдық немесе сілтілік экстремумдар гипохлорит иондарын төмендеуін тудыратын қандай да бір заттардың болуына мүмкіндік беретін сіңіру қосылыстарын түрлендіруге кедергі жасайды, дегенмен жағдайлар деректері су сынамасының көпшілігінде туындайды. 10-бөлімде қарастырылған процедура осындай жағдайлар кезінде қабылдануға тиіс.

Тұзды сынамаларда магний тұнбасынан бұрмалау реактивтердегі цитраттың кешенді түзілу әлеуеті артқан жағдайда туындайды. Осы себеп бойынша алдын ала дистилляциялау қажет (10-бөлімді қараңыз).

10 Ерекше жағдайлар

Егер сынамалар шамадан тыс боялса немесе тұзды құраса, демек сіңіргіштігін өлшеу магний немесе хлоридінің жоғары концентрациясы нәтижесінде бұрмалану кезінде қателік болуы ықтимал және сынама дистиляция жолымен дайындалуға тиіс. ISO 5664 келтірілген процедура сақталуға тиіс, бірақ дистилляттар жиыны тұз қышқылының 1-пайыздық ерітіндісінде (*V*/*V*) жүргізілуге тиіс. Дистиллят өлшенген көлемге дейін, V_2, миллилитрде бейтараптандырылуға және жеткізілуге тиіс. Дистилляцияға арналған сынама көлемі, V_1, миллилитрде белгіленуге тиіс.

Сыналатын үлгі 7-бөлімге сәйкес зерттеу қажет. Алайда, сыналатын үлгідегі аммоний азот концентрациясы болады. Бастапқы үлгінің концентрациясын (3) формула бойынша есептейді:

$$\frac{\ell_{N1} V_2}{V_1}, \qquad (3)$$

мұндағы ϱ_{N1} – сынау үлгісі бойынша нәтиже
V_1 және V_2 жоғарыда анықталғандай.

11 Ескертпелер

11.1 Жалпы

Аналитикалық ортада аммоний іздерінің болуымен туындаған ауытқуларға қабылданатын аммонийдің төмен концентрацияларын анықтау. Дегенмен ҚР СТ ISO 7150 осы бөлімінде келтірілген барлық нұсқауларды сақтау осы қателікті мейлінше қысқартуға тиіс, нәтижелердің ығысу мүмкіндігі қалады. Осы жағдайда мүмкін болатын қателіктердің куәлігін алу үшін екі әдісті келтіреді.

11.2 Бақылау және калибрлеу стандартты сіңіру мәндері мониторингі

Бақылау сынау үлгісі үшін алынған нақты сіңіру мәндері (бақылау кюветіндегі сумен салыстыру бойынша) және калибрлеу қатары осы әдісті қолдану кезінде әр жағдайда тіркелуге тиіс. Осы мәндер жазбасы кез келген ауытқуды тануға мүмкіндік береді. Мұндай ауытқу бақылау сыналатын ерітіндіні ластануымен немесе аммонийдің калибрлеу қатарымен немесе бір не бірнеше реактивтердің кемшілігімен туындауы мүмкін. кез келген жағдайда қалпын түзету жөніндегі шаралар қабылдануға тиіс. В қосымшасында зертханааралық зерттеулерде алынған типтік мәндер белгіленген.

11.3 Талдау нәтижелерінің дәлдігін тексеру

Жалпы стандартты ауытқудың осы әдісін алғашқы қолдану кезінде (кем дегенде 9 еркін дәрежесі) 50 % жуық және өте көп концентрацияланған калибрлеу ерітіндісінің концентрациясы бар аммоний азотының бақылау стандартты ерітіндісін анықтау кезінде алынуға тиіс.

3-кесте – Қайталанушылықтың және жаңғыртушылықтың стандартты ауытқуы *

Үлгі*	Аммоний ерітіндісінің концентраты мг/дм^3,	Кюветтың оптикалық қабатының қалыңдығы, мм	Стандартты ауытқу, s	
			Қайталанушылық, мг/дм^3	Жаңғыртушылық, мг/дм^3
Стандартты ерітінді	0,150	40	0,002***	-
Стандартты ерітінді	1,00	10	0,005-тен	0,015 –тен 0,038†
Стандартты ерітінді	5,00	10	0,025†дейін	дейін
Ұңғымадағы су	0,217	40	0,036***	-
Тазартылған ағынды су	0,877	10	0,002†	0,004-тен
			0,007-ден	0,010†дейін
			0,027†дейін	0,009-дан 0,027† дейін

* Біріккен Корольдік деректері.

** Көлемі 5 дм^3 болуы үшін 5,00 мг/дм^3 стандартты ерітіндіден басқа талданатын үлгілердің барлық көлемдері 40 см^3 болады.

*** Бір зертханадан 9 еркін дәреже нәтижелері

† Бес қатысушылардың қатысуымен зертханааралық зерттеулерден ең аз және ең көп мәндері. Барлық мәндер 9 еркін дәрежесі бар.

Осы бақылау стандартты ерітінді калибрлеу үшін қолданылуға тиіс.

Осы бақылау стандартты ерітіндінің бір бөлігі әр жүйелі анықтаулар топтамасы үшін талдануға тиіс; калибрлеу калибрлеу қатарымен жүргізілуге тиіс. Осы бақылау стандартты ауытқу ауытқудың белгілі бір концентрациясы концентрациясы ауқымы шегінде болуға тиіс;

$$\varrho_{N2} \pm 3s_1, \qquad (4)$$

мұндағы ϱ_{N2} – ерітінді концентрациясы;

s_1 – бақылау стандартты ерітіндісіне арналған белгіленген стандартты ауытқу.

Егер осы талдаудың кез келген топтамасында сақталмаса, ауытқу себептері талдануға тиіс және талдау топтамасы қайталануға тиіс.

Осы бақылау стандартты ерітіндіні кем дегенде тағы да 20 сынаулардан кейін жоғарыда көрсетілген критерийлерге сәйкес келетін барлық мәндермен орындалуға тиіс, осы мәндер жүйелі қолдану үшін s_1 мәнін қайта есептеу үшін қолданылуға тиіс.

12 Сынау хаттамасы

Сынау хаттамасы мынадай деректерді қосуға тиіс:

a) осы стандартқа сілтеме;

b) үлгінің толық идентификациясы үшін қажетті барлық мәліметтер;

c) зерттеу алдында зертханалық үлгіні сақтау және тұтастығы туралы мәлімет;

c) қол жеткізген қайталанушылық туралы ведомості;

e) өлшеу нәтижелері мен қолданылатын әдіс;

e) осы стандартта қосылмаған немесе нәтижелерге әсер етуі мүмкін кез келген жағдайлармен бірге қосымша ретінде қарастырылған кез келген операциялар туралы мәлімет.

А қосымшасы
(*ақпараттық*)

ϱ_N-ға басқа заттардың әсері

Зат	Үлгінің 40 см^3 жұмыс бөлігіндегі концентрациясы		ϱ_N (мг/дм^3)-ға заттың әсері		
			Нақты *** ϱ_N(мг/дм^3)		
	ϱ_B**	мг/дм^3	0,000	0,200	0,500
Натрий хлориді	ϱ_{Cl}	1000	+ 0,002	+ 0,013	+ 0,033
Натрий бикарбонаты	ϱ_{HCO_3}	1000	+ 0,002	+ 0,002	- 0,025
Натрий ортофосфаты	ϱ_{PO_4}	100	0,000	- 0,001	- 0,015
Натрий сульфаты	ϱ_{SO_4}	500	0,000	+ 0,001	-
Фторлы калий	ϱ_F	5	+ 0,002	- 0,001	-
Калий нитраты	ϱ_N	50	+ 0,006	+ 0,002	-
Натрий силикаты	ϱ_{SiO_2}	50	+ 0,003	0,000	-
Натрий тиосульфаты	$\varrho_{S_2O_3}$	10	- ,001	+ 0,007	-
Цианды калий	ϱ_{CN}	5	+ 0,002	+ 0,019	+ 0,018
Кальций хлориді	ϱ_{Ca}	500	0,000	+ 0,013	- 0,001
Магний ацетаты	ϱ_{Mg}	50	+ 0,004	- 0,009	+ 0,002
Темір сульфаты (III)	ϱ_{Fe}	10	+ 0,001	+ 0,003	-
Алюминий сульфаты	ϱ_{Al}	5	0,000	+ 0,008	-
Мыс сульфаты	ϱ_{Cu}	5	+ 0,003	+ 0,011	-
Мырыш сульфаты	ϱ_{Zn}	5	+ 0,003	+ 0,006	-
Қорғасын ацетаты	ϱ_{Pb}	5	+ 0,001	+ 0,016	+ 0,011
Анилин	$\varrho_{C_6H_5NH_2}$	1	± 0,040	± 0,040	-
Этаноламин	$\varrho_{NH_2C_2H_4OH}$	1	+ 0,164	+ 0,114	-

* Біріккен Корольдік ақпараты
** Кез келген қате жіберілген ион зарядтары
*** Басқа заттардың әсерінің болмауынан 95 % сенімділік деңгейі

Номинал концентрациясы, ϱ_N (мг/дм^3)	0,000	0,200	0,500
95 % сенімділік (мг/дм^3)	± 0,003	± 0,014	± 0,021

В қосымшасы
(*ақпараттық*)

Бақылау және стандарттары ерітінділерге арналған типтік сіңіру мәндір *

Ерітінді	Кюветтің оптикалық қабатының қалыңдығы	Сіңіру**			
мг/дм^3	мм	1-зерт.	2-зерт.	3-зерт.	4-зерт.
0,000	40	0,07	0,12	0,09	0,06
0,020	40	0,26	-	0,22	0,24
0,500	10	0,50	0,48	0,38	0,45

* Біріккен Корольдік ақпараты

** Сіңіру мәні 5 күн ұзақтығымен зертханааралық зерттеулер уақытында алынған орташа мән болып табылады.

ӘОЖ 543.342: 543.42 **МСЖ 13.060.50**

Түйінді сөздер: су, химиялық талдау, мөлшерін анықтау: аммоний нитрогені, аммоний ионы, спектрофотометриялық талдау, судың ластануы.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды
Определение содержания аммония

Часть 1

РУЧНОЙ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

СТ РК ISO 7150-1-2013

ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method (IDT)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации ТК 78 «Строительные материалы и изделия» (на базе ТОО «ИННОБИЛД»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 12 августа 2013 года № 427-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium -Part 1 : Manual spectrometric method Качество воды. Определение содержания аммония. Часть 1. Ручной спектрометрический метод). Международный стандарт ISO 7150-1 был подготовлен Техническим Комитетом ISO/TC 147 Качество воды

Перевод с английского языка (en)

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которых подготовлен настоящий национальный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Едином государственном фонде нормативных технических документов

Степень соответствия - идентичная (IDT)

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Республики Казахстан:

О техническом регулировании от 9 ноября 2004 года № 603-II;

Об архитектурной, градостроительной и строительной деятельности в Республике Казахстан от 16.07.2001 N 242-II

Технического регламента:

О безопасности зданий и сооружений, строительных материалов и изделий от 17 ноября 2010 года № 1202

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2018 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 индустрии и новых технологий Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды
Определение содержания аммония

Часть 1

РУЧНОЙ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

1.1 Определяемое вещество

Настоящий стандарт распространяется на ручной спектрометрический метод определения содержания аммония в воде.

ПРИМЕЧАНИЕ Автоматизированный спектрометрический метод определения содержания аммония приведен в ISO 7150-2.

1.2 Тип образца

Метод применяется для анализа питьевой воды, но в наибольшей степени для неочищенной воды и сточных вод. Перед использованием чрезмерно окрашенной или соленой воды необходимо произвести ее дистилляцию (см. Раздел 10).

При искажении результатов анализа см. Раздел 9.

1.3 Диапазон

Концентрация аммонийного азота, ϱ_N, до 1 мг/дм^3 может быть определена с использованием максимального объема, равного 40 см^3 исследуемого объема. Более высокие концентрации определяются с использованием меньших объемов.

1.4 Предел обнаружения

При использовании кювет с толщиной оптического слоя 40 мм и объема 40 см^3 исследуемой порции предел определения находится в диапазоне ϱ_N, равным от 0,003 до 0,008 мг/дм^3.

1.5 Чувствительность [1)]

Используя 40 см^3 исследуемой порции и кювету с толщиной оптического слоя 40 мм, ϱ_N, равный 0,200 мг/дм^3, дает поглощение около 0,69 единиц.

Используя 40 см^3 исследуемой порции и кювету с толщиной оптического слоя 10 мм, ϱ_N, равный 0,750 мг/дм^3, дает поглощение около 0,65 единиц.

2 Нормативные документы

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

ISO 5664:1984 Water guality - Determination of ammonium -Distillation and titration method (Качество воды - Определение аммония. Метод дистилляции и титрования).

[1)] Данные из межлабораторных исследований Соединенного Королевства с участием пяти участников.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим Стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов 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 Описание метода

Сущность спектрометрического метода заключается в измерении поглощения при длине волны 655 нм голубого соединения, образованного ионами аммония с анионами салицилата и гипохлорита в присутствии натрия нитропентацианоферрата (III) (нитропруссида натрия).

Ионы гипохлорита образуются путем щелочного гидролиза *N*, *N*'-дихлор-1,3,5-триазин-2, 4, 6 (1H, 3H, 5H)-трион, натриевая соль (дихлоризоцианурата натрия). Реакция хлорамина с салицилатом натрия происходит при pH 12,6 в присутствии нитропруссида натрия. Как следствие, любой из хлораминов, присутствующих в образце, количественно определяется. Цитрат натрия включен в реагент для того, чтобы скрыть искажения результатов от катионов, в частности, кальция и магния.

4 Реактивы

В ходе анализа используют только реактивы аналитического качества и воду, приготовленную способом, как описано в 4.1.

4.1 Вода, не содержащая аммоний, приготовленная одним из нижеследующих методов.

4.1.1 Метод ионного обмена

Пропустить дистиллированную воду через хроматографическую колонку с сильно катионообменной смолой (в форме водорода) и собрать элюат в стеклянную бутылку, оснащенную хорошо подогнанной стеклянной пробкой. Добавить примерно 10 г той же смолы в каждый $дм^3$ собранного элюата для хранения.

4.1.2 Метод дистилляции

Добавить (0,10 ± 0,01) $см^3$ серной кислоты (ρ = 1,84 г/$см^3$) в (1000 ± 10) $см^3$ дистиллированной воды и подвергнуть повторной перегонке все через стеклянное оборудование. Исключить первые 50 $см^3$ дистиллята, а затем собирать дистиллят в стеклянную бутылку, оснащенную хорошо подогнанной стеклянной пробкой. Добавить примерно 10 г сильно катионообменной смолы (в водородной форме) на каждый литр полученного дистиллята.

4.2 Окрашивающий реактив

Растворяют (130 ± 1) г салициловокислого натрия ($C_7H_6O_3Na$) и (130 ± 1) г дигидрата цитрата натрия ($C_6H_5O_7Na_3 \cdot H_2O$) в воде (см. 4.1) в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ с одним делением. Добавляют количество воды, достаточное, чтобы довести общий объем жидкости приблизительно до 950 $см^3$, а затем добавляют (0,970 ± 0,005) г нитросопентацианоферрата (Ш) дигидрат натрия (нитропруссид натрия, $[Fe(CN)_5NO]Na_2 \cdot 2H_2O$}. Растворяют осадок, а затем добавляют воды до деления.

При хранении в бутылке из темного стекла данный реактив стабилен в течение двух недель.

4.3 Дихлоризоцианурат натрия, раствор.

Растворяют (32,0 ± 0,1) г гидроксида натрия в (500 ± 50) $см^3$ воды (см. 4.1).Охлаждают раствор до комнатной температуры и добавляют (2,00 ± 0,02) г дигидрата дихлоризоцианурата натрия ($C_3N_3O_3CI_2Na·2H_3O$) в раствор. Растворяют осадок и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки с водой. Разбавить до установленной метки водой.

При хранении в бутылке из темного стекла данный реактив стабилен в течение двух недель.

4.4 Аммонийный азот, стандартный раствор,

ϱ_N = 1000 $мг/дм^3$

Растворяют (3,819 ± 0004) г хлорида аммония (высушенного при 105 °С в течение 2 ч) примерно в 800 $см^3$ воды (см. 4.1) в мерной колбе вместимостью 1000 мл с меткой. Разбавляют водой до метки.

1 $см^3$ данного стандартного раствора содержит 1 мг аммонийного азота.

При хранении в бутылке с плотной крышкой данный реактив стабилен в течение одного месяца.

4.5 Аммонийный азот, стандартный раствор,

ϱ_N = 100 $мг/дм^3$

Отмерить пипеткой 100 $см^3$ стандартного раствора аммонийного азота (см. 4.4) в мерную колбу с меткой 1000 $см^3$. Разбавить до метки водой.

1 мл данного стандартного раствора содержит 0,1 мг аммонийного азота.

При хранении в бутылке с плотной крышкой данный реактив стабилен в течение одной недели.

4.6 Аммонийный азот, стандартный раствор,

ϱ_N = 1 $мг/дм^3$

Отмерить пипеткой 1 $см^3$ стандартного раствора аммонийного азота (4.5) в мерную колбу с меткой 100 $см^3$. Разбавить до метки водой.

1 $см^3$ данного стандартного раствора содержит 1 мкг аммонийного азота.

Данный раствор приготовляют непосредственно перед применением.

4.7 Моющий раствор

Растворяют (100 ± 2) г гидроксида калия в (100 ± 2) $см^3$ воды. Охлаждают раствор и добавляют (900 ± 50) $см^3$ 95-процентного (V/V) этанола.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутылке.

5 Оборудование

Применяются лабораторные оборудование и

5.1 Спектрометр, способный работать при длине волны 655 нм с кюветами с толщиной оптического слоя между 10 мм и 50 мм.

5.2 Водяная ванна или инкубатор, способный поддерживать температуру (25 ± 1) °С.

ПРИМЕЧАНИЕ ПО ОЧИСТКЕ ИЗДЕЛИЙ ИЗ СТЕКЛА

Все стеклянные изделия должны быть тщательно очищены с использованием чистящего раствора (см. 4.7), затем их следует тщательно ополоснуть водой (см. 4.1).

6 Отбор проб и пробы

Лабораторные пробы должны быть собраны в полиэтиленовые или стеклянные бутылки. Они должны быть исследованы как можно скорее, либо храниться при температуре от 2 °С до 5 °С перед исследованиями. Подкисление серной кислотой до pH < 2 может также использоваться в качестве условия предохранения, если возможно избежать загрязнения подкисленного образца поглощением любого атмосферного аммиака.

7 Метод испытания

7.1 Объем пробы

Максимальный объем пробы должен составлять 40 $см^3$, который может быть использован для определения концентрации аммонийного азота до ϱ_N = 1 $мг/дм^3$.

Меньшие объемы проб могут быть использованы для определения более высокой концентрации аммонийного азота. Лабораторные образцы, содержащие взвешенные вещества, должны отстояться или фильтроваться через предварительно промытую бумагу из стекловолокна перед приемом пробы для исследования. В качестве альтернативы, могут использоваться предварительно дистиллированные образцы (см. Раздел 10).

7.2 Подготовка раствора для испытания

Отмерить пипеткой объем пробы (см. 7.1) 50 $см^3$ в мерную колбу с одной меткой и, при необходимости, разбавить до (40 ± 1) $см^3$ воды (см. 4.1).

7.3 Определение

7.3.1 Образование поглощающего соединения

Разбавляют (4,00 ± 0,05) $см^3$ окрашенного реактива (см. 4.2) и тщательно перемешивают. Затем добавляют (4,00 ± 0,05) $см^3$ раствора дихлоризоцианурата натрия (см. 4.3) и тщательно перемешивают.

ПРИМЕЧАНИЕ После добавления уровень pH раствора должен составлять (12,6 ± 0,1). Экстремумы кислотности или щелочности в образце могут привести к отклонению.

Разбавляют до метки водой (см. 4.1). Тщательно взбалтывают колбу и помещают ее в водяную баню (см. 5.2), поддерживая температуру (25 ± 1) °С.

ПРИМЕЧАНИЕ Могут быть использованы другие температуры водяной бани, но все измерения и калибровки должны проводиться при той же температуре (в пределах ± 1 К).

7.3.2 Спектрометрические измерения

По истечении 60 мин снимают колбу с водяной бани и измеряют оптическую плотность раствора максимальной абсорбции при длине волны около 655 нм в кювете с соответствующей толщиной оптического слоя воды (см. 4.1) в эталонной кювете.

ПРИМЕЧАНИЕ Длина волны максимального поглощения должна быть проверена при применении данного метода при первом измерении и должна быть использована во всех последующих измерениях.

7.4 Контрольное испытание

Выполнить действия, описанные в 7.2 и 7.3, но с использованием (40 ± 1) мл воды (см. 4.1) вместо установленного объема пробы.

7.5 Калибровка

7.5.1 Приготовление набора калибровочных растворов

Для серии из девяти 50 $см^3$ мерных колб с одной меткой с помощью бюретки добавляют объемы стандартных растворов аммонийного азота (см. 4.6) как указано в Таблице 1.

Добавить воды (см. 4.1) для получения объема (40 ± 1) $см^3$ в случае необходимости.

7.5.2 Образование поглощающих соединений (см. 7.3.1).

7.5.3 Спектрометрические измерения

Действовать в соответствии с 7.3.2, используя кюветы с толщиной оптического слоя, как указано в Таблице 1, для измерения поглощения.

Таблица 1 - Объемы стандартных растворов для использования в серии калибровки

Объем стандартного раствора (см. 4.6), $см^3$	Масса аммонийного азота m_N, мкг	Толщина оптического слоя кюветы, мм
0,00*	0	10 и 40**
2,00	2	40
4,00	4	40
6,00	6	40
8,00	8	40
10,00	10	10
20,00	20	10
30,00	30	10
40,00	40	10

* нулевое значение.

** может быть использована кювета с толщиной оптического слоя 50 мм.

7.5.4 Построение калибровочного графика

Определяется поглощение нулевого значения из поглощений, полученных из других калибровочных растворов. Строится график поглощения по массе аммонийного азота, m_N, для каждой толщины оптического слоя кюветы. Данный график должен быть линейным и должен проходить через начало координат.

8 Выражение результатов

8.1 Метод расчета

Поглощение за счет аммония в объеме пробы, A_r, определяется по Формуле (1):

$$A_r = A_s - A_b, \quad (1)$$

где A_s - поглощение испытательного раствора (см. 7.3.2);
A_b - поглощение контрольного испытательного раствора (см. 7.4).

ПРИМЕЧАНИЕ A_s и A_b должны быть измерены в кюветах с одинаковой толщиной оптического слоя для конкретной пробы.

Содержание аммонийного азота, ϱ_N, миллиграммах на дм^3 вычисляется по Формуле (2):

$$\frac{m_N}{V}, \quad (2)$$

где m_N - масса в микрограммах аммонийного азота, определенного по A_r и калибровочному графику (см. 7.5.4) для соответствующей толщины оптического слоя кюветы;
V - объем пробы, в см^3.

См. Таблицу 2 для преобразования ϱ_N в аммиак и концентрат аммония.

Таблица 2 - Таблица преобразования

	ϱ_N, мг/дм^3	ϱ_{NH_3}, мг/дм^3	$\varrho_{NH_4^+}$, мг/дм^3	$c(NH_4^+)$, µмоль/дм^3
ϱ_N = 1 мг/дм^3	1	1,216	1,288	71,4
ϱ_{NH_3} = 1 мг/дм^3	0,823	1	1,059	58,7
$\varrho_{NH_4^+}$ = 1 мг/дм^3	0,777	0,944	1	55,4
$c(NH_4^+)$ = 1 µмоль/дм^3	0,014	0,017	0,018	1

ПРИМЕР Концентрация ионов аммония $\varrho_{NH_4^+}$ 1 мг/дм^3 соответствует концентрации азота 0,777 мг/дм^3.

8.2 Точность

Стандартное отклонение повторяемости и воспроизводимости установлены в Таблице 3.

9 Искажение результатов

Были исследованы ряд веществ, часто встречающихся в пробах воды, относительно возможных искажений результатов с помощью данного метода. Подробности приведены в Приложении А. Серьезные искажения встречаются только из-за анилина и этаноламина и представляют собой искажения, ожидаемые от исходных аминов в целом. Однако, такие вещества редко встречаются при значительных концентрациях в пробах воды.

Экстремумы кислотности или щелочности препятствуют преобразованию поглощающего соединения, которое будет способствовать наличию каких-либо веществ, вызывающих снижение ионов гипохлорита, хотя данные обстоятельства вряд ли возникнут в большинстве проб воды. Процедура, предусмотренная в Разделе 10, должна быть принята при таких обстоятельствах.

В солевых пробах искажения от осадков магния возникают в том случае, когда потенциал комплексообразования цитрата в реактивах превышен. По этой причине необходима предварительная дистилляция (см. Раздел 10).

10 Особые случаи

Если пробы чрезмерно окрашены или содержат соль, значит вероятна погрешность при измерении поглощаемости или искажения в результате высокой концентрации магния или хлорида и проба должна быть приготовлена путем дистилляции. Процедура, приведенная в ISO 5664, должна соблюдаться, но отметим, что сбор дистиллятов должен быть произведен в 1-процентном растворе (*V/V*) соляной кислоты. Дистиллят должен быть нейтрализован и доведен до измеренного объема, V_2, в миллилитрах. Объем пробы для дистилляции, V_1, должен быть также отмечен в миллилитрах.

Испытуемый образец необходимо исследовать согласно Разделу 7. Однако, результатом будет концентрация аммонийного азота в испытуемом образце. Концентрация исходного образца вычисляется по Формуле (3):

$$\frac{\ell_{N1} V_2}{V_1}, \qquad (3)$$

где ϱ_{N1} - результат по испытательному образцу
V_1 и V_2 как это определено выше.

11 Примечания

11.1 Общие

Определение низких концентраций аммония особенно восприимчиво к отклонениям, вызванным наличием следов аммония в аналитической среде. Хотя соблюдение всех инструкций, приведенных в данной части СТ РК ISO 7150, должны минимизировать данную погрешность, остается возможность смещения результатов. Приводятся два метода для получения свидетельства возможных погрешностей в данном случае.

11.2 Мониторинг значений контрольного и калибровочного стандартного поглощения

Фактические значения поглощения (по сравнению с водой в контрольной кювете), полученные для контрольного испытательного образца, и калибровочный ряд должны быть зарегистрированы в каждом случае при применении данного метода. Данная запись значений позволит опознать любое отклонение. Такое отклонение может быть вызвано загрязнением контрольного испытуемого раствора или калибровочным рядом аммония, или недостатком одного или нескольких реактивов. В любом случае должны быть приняты меры по исправлению положения. В Приложении В установлены типичные значения, полученные в межлабораторных исследованиях.

11.3 Проверка точности результатов анализа

При первоначальном применении данного метода оценка общего стандартного отклонения (по крайней мере 9 степеней свободы) должна быть получена при определении контрольного стандартного раствора аммонийного азота с концентрацией около 50 % и наиболее концентрированного калибровочного раствора.

Таблица 3 – Стандартное отклонение повторяемости и воспроизводимости *

Образец*	Концентрат аммонийного раствора мг/дм^3,	Толщина оптического слоя кюветы, мм	Стандартное отклонение, s	
			Повторяемость, мг/дм^3	Воспроизводимость, мг/дм^3
Стандартный раствор	0,150	40	0,002***	-
Стандартный раствор	1,00	10	от 0,005 до 0,025†	от 0,015 до 0,038†
Стандартный раствор	5,00	10	0,036***	-
Вода из скважины	0,217	40	0,002†	от 0,004 до 0,010†
Очищенная сточная вода	0,877	10	от 0,007 до 0,027†	от 0,009 до 0,027†

* Данные из Соединенного Королевства.

** Все объемы анализируемого образца были 40 см^3 за исключением 5,00 мг/дм^3 стандартного раствора, для которого объем был 5 дм^3.

*** Результат от одной лаборатории 9 степеней свободы.

† Наименьшее и наибольшее значения из межлабораторных исследований с участием пяти участников. Все значения имеют 9 степеней свободы.

Данный контрольный стандартный раствор не должен использоваться для калибровки.

Одна часть данного контрольного стандартного раствора должна быть проанализирована для каждой последующей партии определений; калибровка должна производиться калибровочным рядом. Определенная концентрация данного контрольного стандартного отклонения должна находиться в пределах диапазона концентраций;

$$\varrho_{N2} \pm 3s_1, \qquad (4)$$

где ϱ_{N2} - концентрация раствора;

s_1 - установленное стандартное отклонение для контрольного стандартного раствора.

Если данное условие не соблюдается в любой из партии анализов, должны быть проанализированы причины отклонения и партия анализов должна быть повторена.

После, по крайней мере, еще 20 испытаний данного контрольного стандартного раствора должны быть выполнены со всеми значениями, соответствующими вышеуказанным критериям, данные значения должны быть использованы для пересчета значения s_1 для последующего применения.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующие данные:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) все сведения, необходимые для полной идентификации образца;

c) сведения о хранении и сохранности лабораторного образца перед исследованием;

c) ведомость о достигнутой повторяемости;

e) результаты и используемый метод измерения;

e) сведения о любых операциях, не включенных в настоящий стандарт или рассмотренных как дополнительные вместе с любыми обстоятельствами, которые могут повлиять на результаты.

Приложение А
(*информационное*)

Воздействие других веществ на ϱ_N

Вещество	Концентрация в 40 см^3 рабочей части образца		Действие вещества на ϱ_N (мг/дм^3)		
			Фактический *** ϱ_N(мг/дм^3)		
	ϱ_B**	мг/дм^3	0,000	0,200	0,500
Хлорид натрия	ϱ_{Cl}	1000	+ 0,002	+ 0,013	+ 0,033
Бикарбонат натрия	ϱ_{HCO_3}	1000	+ 0,002	+ 0,002	- 0,025
Ортофосфат натрия	ϱ_{PO_4}	100	0,000	- 0,001	- 0,015
Сульфат натрия	ϱ_{SO_4}	500	0,000	+ 0,001	-
Фтористый калий	ϱ_F	5	+ 0,002	- 0,001	-
Нитрат калия	ϱ_N	50	+ 0,006	+ 0,002	-
Силикат натрия	ϱ_{SiO_2}	50	+ 0,003	0,000	-
Тиосульфат натрия	$\varrho_{S_2O_3}$	10	- ,001	+ 0,007	-
Цианистый калий	ϱ_{CN}	5	+ 0,002	+ 0,019	+ 0,018
Хлорид кальция	ϱ_{Ca}	500	0,000	+ 0,013	- 0,001
Ацетат магния	ϱ_{Mg}	50	+ 0,004	- 0,009	+ 0,002
Сульфат железа (III)	ϱ_{Fe}	10	+ 0,001	+ 0,003	-
Сульфат алюминия	ϱ_{Al}	5	0,000	+ 0,008	-
Сульфат меди	ϱ_{Cu}	5	+ 0,003	+ 0,011	-
Сульфат цинка	ϱ_{Zn}	5	+ 0,003	+ 0,006	-
Ацетат свинца	ϱ_{Pb}	5	+ 0,001	+ 0,016	+ 0,011
Анилин	$\varrho_{C_6H_5NH_2}$	1	± 0,040	± 0,040	-
Этаноламин	$\varrho_{NH_2C_2H_4OH}$	1	+ 0,164	+ 0,114	-

* Информация Соединенного Королевства
** Любые упущенные ионные заряды
*** Уровень достоверности 95 % при отсутствии влияния других веществ

Номинальная концентрация, ϱ_N (мг/дм^3)	0,000	0,200	0,500
95 % достоверности (мг/дм^3)	± 0,003	± 0,014	± 0,021

Приложение В
(*информационное*)

Типичные значения поглощения * для контрольных и стандартных растворов

Раствор	Толщина оптического слоя кюветы	Поглощение**			
мг/дм^3	мм	Лаб. 1	Лаб. 2	Лаб. 3	Лаб. 4
0,000	40	0,07	0,12	0,09	0,06
0,020	40	0,26	-	0,22	0,24
0,500	10	0,50	0,48	0,38	0,45

* Информация Соединенного Королевства

** Значения поглощения являются средними, полученными во время межлабораторных исследований продолжительностью 5 дней

УДК 543.342: 543.42 **МКС 13.060.50**

Ключевые слова: вода, химический анализ, определение содержания: нитроген аммония, ион аммония, спектрофотометричесий анализ, загрязнение воды.

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