МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.10.745–2010

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АЗОТА НИТРАТНОГО В МОРСКОЙ ВОДЕ

Методика измерений фотометрическим методом после восстановления в кадмиевом редукторе

Москва
2010

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИИСКОИ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИИ ДОКУМЕНТ

РД 52.10.745–2010

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АЗОТА НИТРАТНОГО В МОРСКОЙ ВОДЕ

Методика измерений фотометрическим методом после восстановления в кадмиевом редукторе

Москва
2010

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н. Зубова» (ФГУ «ГОИН»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Е.Н. Ктиторова, Ю.С. Лукьянов, К К Иванова

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА Росгидромета 07.12.2010 г., ГУ «НПО «Тайфун» 09.11.2010 г.

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета

4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ № 18.23-2010 выдано 20.10.2010 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.10.745–2010 от 17.12.2010 г.

6 ВЗАМЕН РД 52.10.243–92 «Руководство по химическому анализу морских вод» в части раздела «Нитраты» (С. 98–109)

© ФГУ «ГОИН»

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования к показателям точности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы 3
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
7 Требования к квалификации операторов 5
8 Условия выполнения измерений 5
9 Отбор и хранение проб 6
10 Подготовка к выполнению измерений 6
11 Установление градуировочных зависимостей 12
12 Контроль стабильности градуировочной характеристики 13
13 Устранение мешающих влияний 13
14 Выполнение измерений 14
15 Вычисление результатов измерений 14
16 Контроль качества результатов измерений 15
Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов калия азотнокислого АР1-N-NO3, АР2-N-NO3, АР3-N-NO3 для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности измерений массовой концентрации азота нитратного в морских водах 19
Приложение Б (рекомендуемое) Проведение фильтрования проб морской воды 24
Библиография 26

Введение

Азот является биогенным элементом, необходимым для существования морских организмов. Значительное количество связанного азота содержится в живых организмах, «мёртвой органике» и дисперсном веществе морей и океанов.

Минеральные формы азота в водных объектах представлены, главным образом нитратами, нитритами, аммиаком и ионами аммония.

Нитраты являются конечным продуктом минерализации органических азотсодержащих веществ, их содержание в воде, как правило, значительно превышает содержание аммонийного и нитритного азота. Отсутствие нитратов в воде приводит к угнетению водорослей, снижению интенсивности процесса фотосинтеза, однако избыток их также приводит к негативным последствиям, вызывая процессы эвтрофирования водного объекта и ухудшение качества воды. Содержание нитратов в водах Мирового океана колеблется в широких пределах – от нуля до 500 – 600 мкг/дм^3 и выше.

Источниками поступления соединений азота в природные воды являются разложение клеток отмерших организмов, прижизненные выделения гидробионтов, атмосферные осадки, фиксация из воздуха в результате жизнедеятельности азотфиксирующих бактерий. Значительное количество азота может попадать в водные объекты с бытовыми, сельскохозяйственными и промышленными сточными водами.

Понижение содержания соединений азота в водоемах связано, в основном, с потреблением их водными растениями. Некоторую роль в этом процессе играет денитрификация – перевод связанного азота в свободное состояние. Для нитратов характерно уменьшение содержания в вегетационный период за счет потребления водными растениями и увеличение осенью при отмирании водных организмов и минерализации органических веществ. Максимальное содержание нитратов наблюдается в зимний период.

В основу настоящей методики положен модифицированный Сапожниковым и др. [1], метод Вуда, Армстронга и Ричардса [2].

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АЗОТА НИТРАТНОГО В МОРСКОЙ ВОДЕ

Методика измерений фотометрическим методом после восстановления в кадмиевом редукторе

Дата введения – 2011–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методику) массовой концентрации азота нитратного в пробах морских вод и водах морских устьев рек в диапазоне от 5,0 до 500,0 мкг/дм^3.

При анализе проб воды с массовой концентрацией азота нитратного, превышающей 500 мкг/дм^3, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы водой не содержащей нитратов («безнитратной» водой).

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих наблюдения за состоянием и загрязнением морских вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.3.08–82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод

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 Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51592–2000 Вода. Общие требования к отбору проб

РМГ 61–2003 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 76–2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечание – Ссылки на остальные стандарты и технические документы приведены в разделе 4, разделах А3, А4 (приложение А), Б2 (приложение Б).

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений, характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений массовой концентрации азота нитратного X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) ±Δ, мкг/дм^3
От 5,00 до 100,00 включ.	0,06X	0,10X	0,20X
Св. 100,00 до 500,00 включ.	0,01X + 0,45	0,07X +2,00	0,14X + 4,00

3.2 При выполнении измерений в разбавленных пробах погрешность измерения не превышает величины $\Delta_р$, вычисляемой по формуле

$$\Delta_р = \Delta \cdot \eta , \qquad (1)$$

где Δ – погрешность измерений массовой концентрации азота нитратного в разбавленной пробе по таблице 1, мкг/дм^3;

η - степень разбавления.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

– спектрофотометр любого типа, работающий на длине волны 543 нм, с пределом абсолютной допускаемой погрешности коэффициента пропускания не более 1 %, с кюветами длиной 10 и 50 мм;

– весы лабораторные по ГОСТ 53228–2008, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и пределом допускаемой погрешности ±10 мг;

– весы лабораторные по ГОСТ 53228–2008, среднего класса точности, с пределом взвешивания 200 г;

– pH-метр любого типа с измерительным и вспомогательным электродами (или с комбинированным электродом), с погрешностью измерения pH не превышающей ± 0,01 ед. pH;

– государственный стандартный образец состава водных растворов нитрат-ионов ГСО 7258–96 (далее ГСО);

– дозатор лабораторный по ГОСТ 28311–89, переменного объема с наконечниками 1–5 $см^3$;

– пипетки градуированные по ГОСТ 29227–91, 2-го класса точности, вместимостью 1 $см^3$ – 2 шт., 2 $см^3$ – 2 шт., 5 $см^3$ – 3 шт.;

– пипетка с одной меткой по ГОСТ 29169–91, не ниже 2-го класса точности, вместимостью 25 $см^3$ – 1 шт.,5 $см^3$ – 2 шт., 2 $см^3$ – 1 шт.;

– пробирка по ГОСТ 25336, вместимостью 10 $см^3$;

– колбы мерные по ГОСТ 1770–74, не ниже 2-го класса точности, вместимостью 1000 $см^3$ – 4 шт., 500 $см^3$ – 1 шт., 250 $см^3$ – 2 шт., 100 $см^3$ – 16 шт.;

– колбы конические по ГОСТ 25336–82, исполнения 2, вместимостью 50 $см^3$ – 20 шт., 150 $см^3$ – 20 шт.;

– цилиндры мерные по ГОСТ 1770–74, вместимостью 500 $см^3$ – 1 шт., 250 $см^3$ – 2 шт.,100 $см^3$ – 2 шт., 50 $см^3$ – 1 шт., 25 $см^3$ – 2 шт.;

– стаканы по ГОСТ 25336–82, вместимостью 1000 $см^3$ – 1 шт., 400 $см^3$ – 1 шт.;

– стакан фарфоровый по ГОСТ 9147–80, вместимостью 150 $см^3$;

– стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336–82, типа СВ–19/9;

– воронки лабораторные по ГОСТ 25336–82, диаметром 7–10 см;

– ступка с пестиком по № 3 или № 4 по ГОСТ 9147–80;

– палочки стеклянные;

– эксикатор по ГОСТ 25336–82, исполнения 2, с диаметром корпуса 190 мм;

– аквадистиллятор ДЭ–4–2 по ТУ–16–10721–79;

– холодильник бытовой;

– колонка с двумя кранами и впаянной стеклянной пластиной диаметром 1,8 см (кадмиевый редуктор);

– трубка стеклянная изогнутая;

– пластиковые трубки соединительные.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

– калий азотнокислый (калия нитрат) по ГОСТ 4217–77, х.ч.;

– натрий азотистокислый (натрия нитрит) по ГОСТ 4197–74, х.ч.;

– кислота уксусная по ГОСТ 61–75, х. ч. ледяная;

– кадмий металлический гранулированный Fisher CAS 7440–43–9 каталожный номер С/0080 или кадмий металлический в палочках по ТУ 6–09–5434–88, ч.д а.;

– кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821–78, ч. д. а.;

– кислота серная кислота по ГОСТ 4204–77, ч.д.а.;

– медь сернокислая 5-водная (меди сульфат) по ГОСТ 4165–78, ч.д.а.,

– трилон Б по ГОСТ 10652–73, х.ч. или ч. д. а.;

– реактив Грисса по ТУ 6–09–3569–74, ч.д.а. или кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821–78, ч. д а. и 1-нафтиламин по ТУ 6–09–07–1703–90, ч д. а.;

– кадмий хлористый 2,5-водный по ГОСТ 4330–76, ч.д.а.;

– алюминия окись по ТУ 6–09–426–75, ч. д. а.;

– натрия гидроокись по ГОСТ 4328–77, х.ч. или ч.д.а.;

– хлороформ по ТУ 6–09–06–800–76, очищенный;

– хлорид кальция по ТУ 6–09–4711–81, безводный, ч.;

– вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;

– фильтры бумажные обеззоленные по ТУ 6–09–1678–86, «белая лента»;

– бумага индикаторная универсальная по ТУ 6–09–1181–89, pH 7–14.

Примечание – Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативной и технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Фотометрический метод определения массовой концентрации азота нитратного основан на восстановлении нитратов омедненным металлическим кадмием до нитритов и последующем определении образующихся нитритов по реакции с реактивом Грисса. Максимум оптической плотности в спектре полученного при этом азокрасителя наблюдается при 543 нм.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений азота нитратного в пробах морских вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и в правилах [3].

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 2 и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Массовая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 При работе с ледяной уксусной кислотой руки должны быть защищены резиновыми перчатками, глаза – защитными очками.

6.5 Работу по получению кадмиевых опилок и омеднению металлического кадмия следует проводить в резиновых перчатках

6.6 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с профессиональным образованием, освоившие методику, со стажем работы в лаборатории не менее 6 мес.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С,
- атмосферное давление от 84,0 до106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.),
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В,

- частота переменного тока (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17 1.5.05, ГОСТ 17.1.3.08 и ГОСТ Р 51592 Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592.

Пробы морской воды для определения азота нитратного отбирают в склянки с плотно закрывающимися пробками, либо в полиэтиленовые сосуды, предварительно дважды промытые той же водой вместимостью 250 $см^3$

Анализ проб должен проводиться в течение 5–10 ч после отбора пробы. Возможно хранение проб в течение суток в темноте при 0–4 °С или в замороженном виде в течение месяца. Охлажденным пробам перед анализом необходимо дать нагреться до комнатной температуры.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор реактива Грисса из готового реактива

В бюксе взвешивают 10 г сухого, растертого в ступке до однородной массы реактива Грисса и растворяют его в 100 $см^3$ 12 %-ного раствора уксусной кислоты. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента». Хранят в склянке из темного стекла с притертой или полиэтиленовой пробкой в холодильнике не более недели. При комнатной температуре допустимо хранение не более 2 сут.

10.1.2 Раствор реактива Грисса из сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина

Раствор реактива Грисса готовят непосредственно перед употреблением, смешивая равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина.

10.1.2 1 Раствор сульфаниловой кислоты готовят растворением 1 г сульфаниловой кислоты в 300 $см^3$ 12 %-ной уксусной кислоты. Для ускорения растворения смесь можно слегка подогреть в горячей воде Раствор устойчив в течение нескольких месяцев при хранении в темной склянке.

10.1.2 2 Раствор 1-нафтиламина готовят растворением 0,2 г 1-нафтиламина в нескольких каплях ледяной уксусной кислоты с

последующим смешиванием с 300 $см^3$ 12 %-ной уксусной кислоты. Допускается окрашивание реактива 1-нафтиламина в слабо-розовый цвет. Полученный раствор хранят в темной склянке.

10.1.3 Кислота уксусная 12 %-ная

Раствор уксусной кислоты готовят разведением дистиллированной водой 25 $см^3$ ледяной уксусной кислоты до 200 $см^3$. Хранят в склянке с притертой пробкой.

10.1.4 Раствор меди сернокислой 5-водной (сульфата меди)

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 20 г сульфата меди в дистиллированной воде

10.1.5 Кадмий металлический омедненный

В стакан или колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 100 г гранулированного кадмия с размером гранул 1–2 мм или кадмиевых опилок и промывают несколько раз дистиллированной воды подкисленной из расчета 1–2 капли концентрированной серной кислоты на 500 $см^3$ воды Промывную воду сливают и добавляют в колбу 500 $см^3$ раствора сульфата меди по 10 1.4. Интенсивно перемешивают до полного обесцвечивания раствора сульфата меди

Для получения кадмиевых опилок, кадмиевую палочку измельчают грубым напильником. Размер опилок должен быть около 1–2 мм.

Омедненный кадмий промывают несколько раз дистиллированной водой до исчезновения мути, после чего переносят в редуктор.

10.1.6 Раствор натрия гидроокиси 40 %-ный

В фарфоровый стакан вместимостью 150 $см^3$ добавляют 40 г гидроокиси натрия и 60 $см^3$ дистиллированной воды. Перемешивают стеклянной палочкой. Осторожно, раствор сильно нагревается!

10.1.7 Раствор трилона Б

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 38 г трилона Б в 500 $см^3$ дистиллированной воды, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. Раствор переливают в коническую или плоскодонную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и прибавляют 35 $см^3$ 40%-ного раствора NaOH доводя pH раствора до 12,3–12,6 Необходимо проконтролировать pH раствора с помощью pH-метра или по универсальной индикаторной бумаге.

Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде, перед применением необходимо проконтролировать pH раствора.

10.1.8 Раствор нитрата калия с массовой концентрацией азота нитратного 100 мг/дм^3

Для приготовления раствора нитрата калия с массовой концентрацией азота нитратного 100 мг/дм^3 взвешивают в бюксе 0,3610 г KNO_3, предварительно высушенного в сушильном шкафу при 110 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе над хлоридом кальция. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объём до метки на колбе, тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Раствор устойчив в течение 6 мес. при температуре 4–5°С.

10.1.9 Раствор нитрата калия с массовой концентрацией азота нитратного 500 мкг/дм^3

Для приготовления раствора нитрата калия с массовой концентрацией азота нитратного 500 мкг/дм^3 пипеткой с одной меткой отбирают 5 см^3 раствора нитрата калия концентрацией 100 мг/дм^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация азота нитратного в растворе составляет 500 мкг/дм^3. Готовят не менее 3–4 дм^3 раствора.

10.1.10 Стабилизирующий раствор

Стабилизирующий раствор готовят в склянке Вульфа вместимостью 5 дм^3 в которую перелито 3–4 дм^3 раствора нитрата калия с массовой концентрацией 500 мкг/дм^3. Доводят pH раствора нитрата калия до 9,6 прибавлением раствора трилона Б (приблизительно 20 см^3 раствора трилона Б на 1 дм^3 раствора нитрата калия), контролируют pH раствора с помощью pH-метра или по универсальной индикаторной бумаге.

10.1.11 Раствор нитрита калия с массовой концентрацией азота нитритного 250 мг/дм^3

Взвешивают в бюксе 0,3080 г нитрита натрия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре 110 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе над хлоридом кальция. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в дистиллированной воде, доводят объём раствора до метки, и перемешивают. Переносят раствор в склянку из темного стекла с хорошо притертой стеклянной или пластиковой пробкой. Раствор можно хранить в холодильнике не более месяца.

10.1.12 Раствор нитрита калия с массовой концентрацией азота нитритного 500 мкг/дм^3

Отбирают пипеткой вместимостью 5 см^3 раствор нитрита калия с массовой концентрацией азота нитратного 250 мг/дм^3 и переносят его в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранению не подлежит.

10.1.13 Кадмий хлористый 10%-ный

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 125 г 2,5-водного хлористого кадмия в 400 см^3 дистиллированной воды и доводят объем до метки. Раствор устойчив.

10.1.14 Оксид алюминия

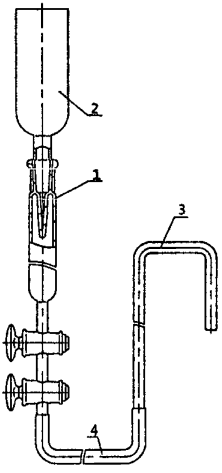
Оксид алюминия прокаливают при 600 °С в течение 4 ч. Хранят в посуде с пришлифованной пробкой 6 мес.

10.2Подготовка кадмиевого редуктора

Редуктор для восстановления нитратов до нитритов должен быть снабжен изогнутой стеклянной трубкой («гуськом») для предохранения омедненного кадмия от высыхания (верхняя точка гуська должна быть выше уровня кадмия в редукторе – рис. 1). Все части редуктора закрепляются на штативе.

Перед заполнением кадмием редуктор наполняют дистиллированной водой. Омедненный кадмий переносят в редуктор, непрерывно постукивая по его стенкам стеклянной палочкой с резиновым наконечником для того, чтобы металл укладывался плотно без пустот и воздушных пузырьков. При внутреннем диаметре колонки 1,8 см высота слоя кадмия должна составлять 15–17 см.

Заполненный редуктор промывают дистиллированной водой с добавкой щелочного раствора трилона Б (2 см^3 раствора трилона Б на 100 см^3 дистиллированной воды). Затем пропускают через редуктор 3–4 дм^3 стабилизирующего раствора, приготовленного по 10.1.10 со скоростью 8–10 см^3/мин. Скорость истечения регулируют верхним краном редуктора



1 – колонка с двумя кранами и впаянной стеклянной пластиной;
2 – воронка; 3 – изогнутая стеклянная трубка («гусек»);
4 – соединительная трубка.

Рисунок 1 – Кадмиевый редуктор

10.2.1 Определение оптимальной скорости работы редуктора

Для определения оптимальной скорости берут 3–4 порции по 100 см^3 стабилизирующего раствора и пропускают их через редуктор со скоростью в интервале 8–10 см^3/мин. Первые 50–55 см^3 каждой порции раствора, прошедшего через редуктор, отбрасывают, последующие 25 см^3 отбирают в коническую колбу, добавляют 1,25 см^3 реактива Грисса и через час измеряют оптическую плотность. Сравнивают оптические плотности растворов, полученные при разных скоростях истечения. Оптимальной является скорость, при которой оптическая плотность раствора максимальна.

Когда определена оптимальная скорость истечения, положение верхнего крана фиксируется, и работа с редуктором ведется только при помощи нижнего крана.

10.2.2 Определение степени восстановления редуктора

Для определения степени восстановления редуктора следует сравнить оптическую плотность стабилизирующего раствора, полученного при пропускании его через редуктор с оптимальной скоростью (по 10.2.1), с

оптической плотностью раствора нитрита калия с концентрацией азота нитритного 500 мкг/дм^3. Для этого к 25 см^3 раствора нитрита калия с концентрацией азота нитритного 500 мкг/дм^3 добавить 1,25 см^3 реактива Грисса и через час измеряют оптическую плотность раствора.

Одновременно следует провести определение холостой пробы (дистиллированной воды проведенной через все стадии определения) и ввести поправку на содержание азота нитратного в дистиллированной воде.

Степень восстановления, %, определяется по формуле

$$A(NO_3^-)/A(NO_2^-) \cdot 100, \qquad (2)$$

где $A(NO_3^-)$ – оптическая плотность пропущенного с оптимальной скоростью стабилизирующего раствора за вычетом оптической плотности холостой пробы;

$A(NO_2^-)$ – оптическая плотность раствора нитрита калия, за вычетом оптической плотности холостой пробы.

Редуктор готов к использованию, если степень восстановления находится в интервале 90–100%.

10.3Приготовление градуировочных растворов

10.3.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с концентрацией нитрат-иона 1,00 мг/см^3 (концентрация азота нитратного 0,2257 мг/см^3).

Для приготовления градуировочного раствора № 1 вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую пробирку. С помощью чистой сухой градуированной пипетки вместимостью 5 см^3 отбирают 4,45 см^3 раствора и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация нитратного азота в градуировочном растворе составляет 10,0 мг/дм^3.

Градуировочный раствор № 1 хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке не более 5 сут.

Для приготовления градуировочного раствора № 2 пипеткой с одной отметкой отбирают 25,0 см^3 градуировочного раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водои. Массовая концентрация нитратного азота в градуировочном растворе № 2 составляет 2,5 мг/дм^3.

Градуировочный раствор № 2 хранению не подлежит.

10 3 2 При отсутствии ГСО допускается в качестве градуировочных растворов использовать аттестованные растворы азота нитратного, приготовленные из калия азотнокислого (нитрата калия). Методика приготовления аттестованных растворов приведена в приложении А.

11 Установление градуировочных зависимостей

11.1 Для выполнения измерений устанавливают градуировочные характеристики в двух диапазонах массовых концентраций азота нитратного.

Диапазон 1 для массовых концентраций азота нитратного от 5 до 100 мкг/дм^3.

Для приготовления образцов для градуировки в мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью градуированных пипеток 1, 2 и 5 см^3 приливают 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,6; 2,4, 3,2; 4,0 см^3 градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией нитратного азота 2,5 мг/дм^3 Объемы растворов доводят до меток на колбах дистиллированной водой.

Массовая концентрация азота нитратного в полученных растворах составит соответственно 0; 5,0; 10,0; 20,0; 40,0; 60,0; 80,0; 100,0 мкг/дм^3.

Диапазон 2 для массовых концентраций азота нитратного от 100 до 500 мкг/дм^3.

Для приготовления образцов для градуировки в мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью градуированных пипеток 1, 2 и 5 см^3 приливают 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 градуировочного раствора № 1 с массовой концентрацией нитратного азота 10,0 мг/дм^3.

Объемы растворов доводят до меток на колбах дистиллированной водой.

Массовая концентрация азота нитратного в полученных растворах составит соответственно 0; 100; 150,0; 200,0; 250,0; 300,0; 400,0; 500,0 мг/дм^3.

11 2 Для установления градуировочных характеристик образцы переливают в конические колбы вместимостью 150 см3 и проводят определение в соответствии с 14 1.

Растворы для градуировки с концентрацией нитратного азота от 5,0 до 100 мкг/дм^3 измеряют в кювете длиной 50 мм, образцы с концентрацией от 100 до 500 мкг/дм^3 в кювете длиной 10 мм относительно дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого опыта (раствора, не содержащего добавки азота нитратного) измеряют в обеих кюветах. Значение оптической плотности холостого опыта вычитают из оптической плотности растворов, содержащих добавки азота нитратного.

По средним значениям оптической плотности в зависимости от концентрации азота нитратного строят график – градуировочную характеристику.

11.3 Градуировочную зависимость необходимо устанавливать не реже одного раза в год и обязательно каждый раз после приготовления новых растворов или регулировки прибора.

12 Контроль стабильности градуировочной характеристики

12.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед выполнением измерений массовой концентрации азота нитратного в серии проб. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 11.1 (не менее 3 для каждой градуировочной зависимости). Допускается проводить контроль стабильности градуировочной характеристики для одного диапазона измерений, если второй диапазон не будет использован для расчета результатов анализа в данной серии проб.

12.2 Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующего условия

$$|X - C| \le \sigma_R, \qquad (3)$$

где X – результат контрольного массовой концентрации азота нитратного в образце, мкг/дм^3;

C – приписанное значение массовой концентрации азота нитратного в образце, мкг/дм^3;

σ_R – показатель воспроизводимости для концентрации C в соответствии с таблицей 1, мкг/дм^3.

Если условие стабильности не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (3), устанавливают новую градировочную зависимость.

12.3 Разность между результатом измерения X и значением приписанной массовой концентрации C должна иметь как положительное, так и отрицательное значение. Если все значения имеют один знак – это свидетельствует о наличии систематической ошибки. В этом случае также требуется установить новые градировочные зависимости.

13 Устранение мешающих влияний

13.1 Если пробы морской воды мутные их фильтруют в соответствии с приложением Б.

13.2 В случае присутствия в морской воде сероводорода, его удаляют осаждением при добавлении 10 %-ного раствора хлорида кадмия. Пробы,

обработанные хлоридом кадмия, фильтруют через бумажный фильтр «белая лента».

13.3 Пробы морской воды, содержащие гумусовые кислоты (что характерно, в частности, для прибрежных вод Балтийского, Азовского морей и Северного Каспия), перед выполнением анализа обрабатывают оксидом алюминия, подготовленным согласно 10.1 14. Для этого пробу морской воды помещают в колбу и добавляют 5–7 г оксида алюминия на каждые 100 см^3 пробы и встряхивают до обесцвечивания жидкости. Дают пробе отстояться и фильтруют через бумажный фильтр «белая лента», промытый дистиллированной водой Первую порцию фильтрата следует отбросить, а из остальной порции отбирают необходимую для анализа аликвоту.

14 Выполнение измерений

14 1 Мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 отбирают пробу морской воды в сухую колбу вместимостью 150 см^3, добавляют 2 см^3 щелочного раствор трилона Б, тщательно перемешивают и пропускают через кадмиевый редуктор с оптимальной скоростью. Первые 50-55 см^3 пробы, прошедшие через редуктор, отбрасывают. Мерный цилиндр вместимостью 25 см^3 предварительно ополаскивают тем же раствором и отбирают в него следующую порцию раствора объемом 25 см^3.

Пробу объемом 25 см^3 переносят в колбу или стакан вместимостью 50 см^3 и добавляют 1,25 см^3 реактива Грисса. Раствор тщательно перемешивают и через час измеряют оптическую плотность в кюветах длиной 10 или 50 мм при длине волны 543 нм относительно дистиллированной воды

14.2 Одновременно выполняют холостое определение, используя 25 см^3 дистиллированной воды с добавкой реактивов в соответствии с 14.1 (без пропускания через редуктор)

14 3 Перед пропускания каждой новой серии проб анализируемой воды с неизвестной массовой концентрацией азота нитратного редуктор промывают не менее чем 100 см^3 дистиллированной воды с добавкой щелочного раствора трилона Б (2 см^3 раствора трилона Б на 100 см^3 дистиллированной воды).

15 Вычисление результатов измерений

15.1 Вычисляют значение оптической плотности A_x, соответствующее концентрации азота нитратного в пробе по формуле

$$A_x = A - A_1 , \qquad (4)$$

где А – значение оптической плотности анализируемой пробы воды, полученное в ходе определения;

A_1 – значение оптической плотности холостой пробы,

15.2 По соответствующей градуировочной характеристике находят массовую концентрацию азота нитратного в анализируемой пробе воды X, мкг/дм^3, согласно полученному значению оптической плотности A_x.

15 3 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3 \ (P = 0{,}95), \qquad (5)$$

где X – массовая концентрация азота нитратного, найденная по градуировочной характеристике, мкг/дм^3;

$\pm \Delta$ – границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации азота нитратного (таблица 1), мкг/дм^3.

Примечание – В случае, если результат измерений массовой концентрации азота нитратного ниже границы 1 диапазона измерений, в результате измерений указывают «менее 5,0 мкг/дм^3».

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристик погрешности.

15.4 При необходимости пересчета массовой концентрации азота нитратного на массовую концентрацию нитратов X_{NO3} используют соотношение

$$X_{NO3} = 4{,}43\,\bar{X}. \qquad (6)$$

16 Контроль качества результатов измерений

16.1 Общие положения

16.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает.

оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности результатов анализа).

Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости с вероятностью 0,95 (P=0,95)

Диапазон измерения массовой концентрации азота нитратного X, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, мкг/дм^3
От 5,00 до 100,00 включ.	0,17X	0,28X
Св 100,00 до 500,00 включ.	0,03X + 1,25	0,19X + 5,54

16.1 2 Оценки внутрилабораторной прецизионности и погрешности могут быть проведены с использованием алгоритмов, изложенных в рекомендациях РМГ 61 при реализации этих алгоритмов в конкретной лаборатории.

П р и м е ч а н и е – Допустимо, на начальном этапе внедрения процедуры внутреннего контроля или при сложности организации в лаборатории работ по оценке показателей качества результатов анализа морских вод, лабораторные характеристики погрешности устанавливать расчетным способом на основе следующих выражений $\Delta_л = 0,84\,\Delta$, $R_л = 0,84R$; $\sigma_R = \frac{\sigma_R}{1,2}$.

16.1.3 Периодичность контроля регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории (или другом документе системы качества, регламентирующем процедуры внутрилабораторного контроля) с учетом требований РМГ 76 и отраслевых документов.

П р и м е ч а н и е – При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в двух лабораториях, проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6 с использованием значений предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 2

16.2 Оперативный контроль повторяемости

16 2.1 Для контроля повторяемости отобранную пробу воды делят на две части и проводят параллельные измерения в соответствии с разделом 14. Результат контрольной процедуры $r_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_к = |X_1 - X_2|, \qquad (7)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных измерений массовой концентрации азота нитратного в пробе, мкг/дм^3.

Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \le r, \qquad (8)$$

где r – предел повторяемости r в соответствии с таблицей 2, мкг/дм^3.

16.2.2 При невыполнении условия (8) процедуру измерения повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их в соответствии с РМГ 76.

16.3 Оперативный контроль погрешности выполнения измерений

16.3.1 Оперативный контроль погрешности выполнения измерений проводят с использованием метода добавок путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля $К$. Результат контрольной процедуры $К_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = |X' - X - C|, \qquad (9)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации азота нитратного в рабочей пробе с известной добавкой, мкг/дм^3;

X – результат контрольного измерения массовой концентрации азота нитратного в рабочей пробе, мкг/дм^3;

C – величина добавки, мкг/дм^3.

16.3.2 Норматив контроля погрешности $К$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{(\Delta_{лX'})^2 + (\Delta_{лX})^2}, \qquad (10)$$

где $\Delta_{лX'}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации азота нитратного в пробе с добавкой, мкг/дм^3;

$\Delta_{лX}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации азота нитратного в рабочей пробе, мкг/дм^3.

Если результат контрольной процедуры $К_к$ удовлетворяет условию

$$|Кк| \le К, \qquad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Приложение А

(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов калия азотнокислого АР1-N-NO_3, АР2-N-NO_3, АР3-N-NO_3 для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности измерений массовой концентрации азота нитратного в морских водах

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов азота нитратного, предназначенных для установления градуировочных зависимостей и контроля точности результатов измерений массовой концентрации азота нитратного в морских водах фотометрическим методом с реактивом Грисса после восстановления в кадмиевом редукторе

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А 1

Т а б л и ц а А 1 – Метрологические характеристики аттестованных растворов азота нитритного

Характеристика	Единицы измерения	Шифр аттестованного раствора		
		АР1-N-NO_3	АР2-N-NO_3	АР3-N-NO_3
Аттестованное значение массовой концентрации азота нитратного, мг/дм^3	мг/дм^3	250,0	10,00	2,50
Границы погрешности массовой концентрации азота нитратного (Р=0,95), мг/дм^3	мг/дм^3	0,6	0,04	0,03

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А 3 1 Весы лабораторные по ГОСТ 53228–2008 высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и пределом допускаемой погрешности ±10 мг

А 3 2 Колбы мерные по ГОСТ 1770–74, не ниже 2 класса точности, вместимостью 250 см^3 – 1 шт 500 см^3 – 2 шт

А 3 3 Пипетка с одной отметкой по ГОСТ 29169–91, не ниже 2 класса точности, вместимостью 5 см^3 – 1 шт., 20 см^3 – 1 шт.

А 3 4 Стаканчик для взвешивания (бюкс) по ГОСТ 25336–82, типа СВ–19/9

А 3 5 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336–82, диаметром 56 мм

А.3.6 Шпатель пластмассовый.
А.3.7 Эксикатор по ГОСТ 25336–82, исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм.
А.3.8 Промывалка.
А.3.9 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А.4 Реактивы для приготовления аттестованных растворов

А.4.1 Калий азотнокислый (калия нитрат) по ГОСТ 4217–77, х.ч. (допустимо ч.д.а.).
А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72.
А 4 3 Хлорид кальция по ТУ 6–09–4711–81, безводный, ч.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

А.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-N-NO_3

Для приготовления аттестованного раствора азота нитратного АР1-N-NO_3 на аналитических весах взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 0,4510 г калия азотнокислого (KNO_3), предварительно высушенного в сушильном шкафу при 110 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе над хлоридом кальция. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в свежеприготовленной (остуженной) дистиллированной воде, доводят объём раствора до метки на колбе и перемешивают. Переносят раствор в склянку из темного стекла с хорошо притертой стеклянной или пластиковой пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию азота нитратного 250,0 $мг/дм^3$.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-N-NO_3

Отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 $см^3$ раствора АР1-N-NO_3 и переносят его в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе свежеприготовленной дистиллированной водой и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию азота нитратного 10,00 $мг/дм^3$.

А.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР3-N-NO_3

Отбирают пипеткой вместимостью 5 $см^3$ с одной отметкой 5,0 $см^3$ раствора АР1-N-NO_3 и переносят его в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию азота нитратного 2,50 $мг/дм^3$.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР1-N-NO_3

Аттестованное значение массовой концентрации азота нитратного C_1, $мг/дм^3$, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 14{,}01 \cdot 1000 \cdot 1000}{V \cdot 101{,}1}, \qquad (A.1)$$

где m – масса навески нитрата калия, г;

V – вместимость мерной колбы, см^3;

14,01 и 101,1 – молярная масса азота и нитрата калия, соответственно, г/моль.

Расчет предельных границ возможных значений погрешности Δ_1, мг/дм^3, приготовления аттестованного раствора АР1-N-NO_3 выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \qquad (A.2)$$

где C_1 – приписанное раствору АР1-N-NO_3 значение массовой концентрации нитратного азота, мг/дм^3;

μ – массовая доля основного вещества (KNO_3) в реактиве, приписанная реактиву квалификации х.ч., %;

Δ_μ – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

m – масса навески нитрата калия, г;

Δ_m – предельная возможная погрешность взвешивания, г;

V – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_V – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3 .

Предельные границы возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-N-NO_3 составляют

$$\Delta_1 = 250 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}2}{100}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0002}{0{,}4510}\right)^2 + \left(\frac{0{,}30}{250}\right)^2} = 0{,}59 \text{ мг/см}^3.$$

А.6.2 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР2-N-NO_3

Аттестованное значение массовой концентрации азота нитратного C_2, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}, \qquad (A.3)$$

где V_1 – объем раствора АР1-N-NO_3, отбираемый пипеткой, см^3;

V_2 – вместимость мерной колбы, см^3.

Расчет предельных границ возможных значений погрешности Δ_2, мг/дм^3, приготовления аттестованного раствора АР2-N-NO_3 выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \qquad (A.4)$$

где C_2 – приписанное раствору АР2-N-NO_3 значение массовой концентрации азота нитратного, мг/дм^3;

C_1 – приписанное раствору АР1-N-NO_3 значение массовой концентрации нитратного азота, мг/дм^3;

Δ_1 – предельные границы возможных значении погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-N-NO_3, мг/дм^3;

V_1 – объем раствора АР1-N-NO_3, отбираемый пипеткой, см^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см^3;

V_2 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_2} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Предельные границы возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-N-NO_3 составляют

$$\Delta_2 = 10{,}00 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}59}{250}\right)^2 + \left(\frac{0{,}06}{20}\right)^2 + \left(\frac{0{,}4}{500}\right)^2} = 0{,}039 \text{ мг/дм}^3$$

А.6.3 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР3-N-NO_3

Аттестованное значение массовой концентрации нитратного азота C_3, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_3}, \qquad \text{(А.5)}$$

где V_1 – объем раствора АР1-N-NO_3, отбираемый пипеткой, см^3;

V_3 – вместимость мерной колбы, см^3.

Расчет предельных границ возможных значений погрешности Δ_3, мг/дм^3, приготовления аттестованного раствора АР3-N-NO_3 выполняют по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \qquad \text{(А.6)}$$

где C_3 – приписанное раствору АР3-N-NO_3 значение массовой концентрации азота нитратного, мг/дм^3;

C_1 – приписанное раствору АР1-N-NO_3 значение массовой концентрации нитратного азота, мг/дм^3;

Δ_1 – предельные границы возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-N-NO_3, мг/дм^3;

V_1 – объем раствора АР1-N-NO_3, отбираемый пипеткой, см^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см^3;

V_2 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_2} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Предельные границы возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР3-N-NO_3 составляют

$$\Delta_3 = 2{,}5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}59}{250}\right)^2 + \left(\frac{0{,}05}{5}\right)^2 + \left(\frac{0{,}5}{500}\right)^2} = 0{,}026 \text{ мг/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованный раствор может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием шифра аттестованного раствора, массовои концентрации азота нитратного, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-N-NO_3 следует хранить в холодильнике в темной склянке не более 6 мес.

Аттестованный раствор АР2-N-NO_3 следует хранить в холодильнике в плотно закрытой темной склянке не более 5 сут.

Аттестованный раствор АР3-N-NO_3 используют в день приготовления, хранению не подлежит.

Приложение Б

(рекомендуемое)

Проведение фильтрования проб морской воды

Б.1 Назначение и область применения

Настоящее приложение регламентирует процедуру проведения фильтрования проб морской воды при наличии в них видимого количества взвешенных частиц (мути).

Б.2 Оборудование, вспомогательные устройства

Б.2.1 Колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336–82, вместимостью 500 $см^3$.
Б.2.2 Фильтры мембранные «Владипор МФАС–ОС–2» по ТУ 6–55–221–1–29–89, с размером пор 0,45 мкм или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6–09–1678–86
Б.2.3 Воронка Бюхнера № 1 или № 2 по ГОСТ 9147–80.
Б.2.4 Насос вакуумный или водоструйный.
Б.2.5 Трубки пластиковые соединительные.
Б.2.6 Стакан по ГОСТ 25336–82, вместимостью 600 $см^3$ – 1 шт.
Б.2.7 Электроплитка по ГОСТ 14919–83, с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева.
Б.2.8 Фильтровальная бумага.
Б.2.9 Склянка с широким горлом и пришлифованной пробкой.

Б.3 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

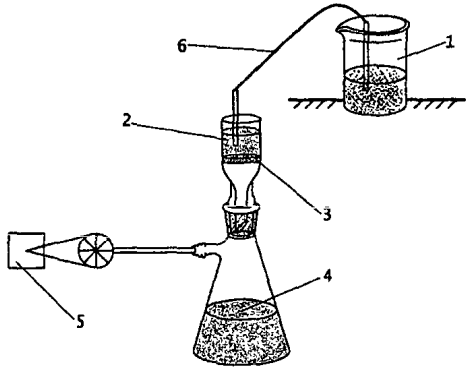
Б.4 Требования к квалификации операторов

Фильтрование проб может проводить инженер или лаборант, имеющий специальную подготовку.

Б.5 Схема проведения фильтрования

Для очистки от органических веществ мембранные фильтры кипятят в дистиллированной воде три раза по 20 мин., каждый раз меняя воду. Избыток влаги с мембран после кипячения удаляют, промокая их о фильтровальную бумагу. Хранят в склянке с широким горлом с пришлифованной пробкой.

Пробу морской воды фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм или фильтр «синяя лента», отбрасывая при этом первые 20 $см^3$ фильтрата. Для этого собирают установку в соответствии с рисунком Б.1, помещают фильтр на дно воронки для фильтрования и включают вакуумный насос. Работу вакуумного насоса необходимо постоянно контролировать.



1 – проба воды; 2 – воронка для фильтрования; 3 – фильтр; 4 – колба Бунзена; 5 – вакуумный или водоструйный насос; 6 – трубки соединительные.

Рисунок Б.1 – Установка для фильтрования пробы воды

Библиография

[1] Сапожников В. В., Гусарова А. Н., Лукашев Ю. Ф. Определение нитратов в морской воде. – Материалы Всесоюзного семинара «Совершенствование гидрохимических методов в промыслово-океанографических исследованиях ресурсов Мирового океана».– М.: ВНИРО, 1970

[2] Wood E. D., Armstrong F. A. J., Richards F. A. Determinatic of nitrate in sea water by cadmium-copper reduction to nitrite. – J. Mar bic Ass., U. K., 1967, v. 47

[3] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. – Л.: Гидрометеоиздат, 1983

Ключевые слова: вода морская, массовая концентрация, азот нитратный, нитраты, методика измерений, восстановление в кадмиевом редукторе, фотометрический метод

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

Отпечатано ОАО ФОП Заказ 24 Тираж 180 экз.

gost.e-ecolog.ru