РД 52.24.486-95

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АММИАКА И ИОНОВ АММОНИЯ В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом, Малым научно-производственным предприятием "Акватест"

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд хим. наук (руководитель разработки), Т.Ф. Уфлянд, Л.Н. Каримова

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 21.07.94

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 21.06.94, протокол N 1

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1994 г. N 141

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 486

7 ВЗАМЕН РД 52.24.141-93

Введение

Аммонийный азот в водах находится, главным образом, в растворенном состоянии в виде ионов аммония и недиссоциированных молекул NH_4OH, количественное соотношение которых имеет важное экологическое значение и определяется величиной pH и температурой воды. В то же время некоторая часть аммонийного азота может мигрировать в сорбированном состоянии на минеральных и органических взвесях, а также в виде различных комплексных соединений.

Присутствие в незагрязненных поверхностных водах ионов аммония связано, главным образом, с процессами биохимической деградации белковых веществ, дезаминирования аминокислот, разложения мочевины. Естественными источниками аммиака служат прижизненные выделения гидробионтов. Кроме того, ионы аммония могут образовываться в результате анаэробных процессов восстановления нитратов и нитритов.

Источником антропогенного загрязнения водных объектов ионами аммония являются сточные воды многих отраслей промышленности, бытовые сточные воды, стоки с сельскохозяйственных угодий.

Сезонные колебания концентрации ионов аммония характеризуются обычно понижением весной, в период интенсивной фотосинтетической деятельности фитопланктона, и повышением летом при усилении процессов бактериального разложения органического вещества в периоды отмирания водных организмов, особенно в зонах их скопления: в придонном слое водоема, в слоях повышенной плотности фито- и бактериопланктона. В осенне-зимний период повышенное содержание ионов аммония связано с продолжающейся минерализацией органических веществ в условиях слабого потребления фитопланктоном.

Повышенное содержание ионов аммония указывает на ухудшение санитарного состояния водного объекта, причем, поскольку аммиак более токсичен, чем ионы аммония, опасность аммонийного азота для гидробионтов возрастает с повышением pH воды.

Увеличение концентрации аммонийного азота обычно является показателем свежего загрязнения.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения предельно допустимая концентрация (ПДК) ионов аммония 0,4 мг/дм^3, аммиака - 0,04 мг/дм^3 по азоту; для объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения ПДК соответственно равны 2,0 мг/дм^3 и 1,0 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АММИАКА И ИОНОВ АММОНИЯ В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА

Дата введения 01.01.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений массовой концентрации аммиака и ионов аммония в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне 0,3 - 4,0 мг/дм^3 в пересчете на азот. При анализе проб воды с массовой концентрацией аммонийного азота, превышающей 4,0 мг/дм^3, необходимо соответствующее разбавление пробы водой, не содержащей аммонийного азота.

При массовой концентрации аммонийного азота менее 0,3 мг/дм^3 или в присутствии веществ, мешающих определению, следует использовать выполнение измерений в виде индофенолового синего (РД 52.24.383-95).

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с ГОСТ 27384 норма погрешности при выполнении измерений массовой концентрации аммонийного азота в природных водах в диапазоне 0,005 - 0,1 мг/дм^3 составляет ±50 %, свыше 0,1 - 0,5 мг/дм^3 - ±25 % и свыше 0,5 мг/дм^3 - ±10 %. Для сточных вод норма погрешности при массовой концентрации аммонийного азота 0,1 - 1,0 мг/дм^3 составляет ±50 %, свыше 1,0 - 10 мг/дм^3 - ±25 %, свыше 10 мг/дм^3 - ±10 %.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблицах 1,2.

Таблица 1 - Значения характеристик погрешности и ее составляющих при выполнении измерений массовой концентрации аммонийного азота без отгонки P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций аммонийного азота, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,30 - 2,00	0,02	0,02	0,05
св. 2,00-4,00	0,04	0,08	0,11

Таблица 2 - Значения характеристик погрешности и ее составляющих при выполнении измерений массовой концентрации аммонийного азота с отгонкой (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций аммонийного азота, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,30 - 2,00	0,03+0,01·C	0,02	0,06+0,02·C
св. 2,00-4,00	0,03+0,01·C	0,08	0,08+0,02·C

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией аммонийного азота свыше 4,0 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает Δ·n, где Δ – погрешность измерения концентрации аммонийного азота в разбавленной пробе; n - степень разбавления.

3 Метод измерения

Определение аммиака и ионов аммония основано на взаимодействии аммиака в щелочной среде с тетраиодомеркуриатом калия. В результате образуется тетраиодомеркуриат аммония, окрашивающий раствор в зависимости от количества аммонийного азота от желтого до красно-бурого цвета. Оптическая плотность образующегося соединения при измерении на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм пропорциональна концентрации в анализируемой пробе аммонийного азота, которую находят по градуировочной зависимости.

Определению мешают компоненты, обусловливающие жесткость воды, железо, сульфиды, активный хлор, мутность и цветность воды, амины, хлорамины, альдегиды, спирты и некоторые другие органические соединения, реагирующие с реактивом Несслера. Мутность удаляют фильтрованием. Влияние цветности до определенного предела можно устранить измерением оптической плотности пробы, в которую не добавлен реактив Несслера. Мешающее влияние активного хлора устраняется добавлением зквивалентного количества раствора тиосульфата натрия. Влияние кальция и магния в значительной степени устраняется добавлением раствора сегнетовой соли, однако при высокой жесткости использование комплексообразователя не является достаточно эффективным.

Наиболее надежным способом устранения мешающих влияний неорганических компонентов, цветности, мутности и нелетучих органических веществ является отгонка аммиака из слабощелочного раствора, однако при этом не удается устранить влияние аминов, хлораминов, альдегидов и других, отгоняющихся с паром, соединений. В этом случае следует использовать другую методику определения аммонийного азота.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотоэлектроколориметр типа КФК-2, КФК-2мп (КФК-3) по ТУ 3.3.1766, ТУ 3.3.1860 или спектрофотометр типа СФ-46 (СФ-26).

4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.

4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 Шкаф сушильный общелабораторного назначения по ГОСТ 13474.

4.1.5 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.6 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью:
50 $см^3$ - 2
100 $см^3$ - 2
500 $см^3$ - 1

4.1.7 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью:
1 $см^3$ - 5
5 $см^3$ - 1
10 $см^3$ - 1

4.1.8 Пипетки с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью:
5 $см^3$ - 1
10 $см^3$ - 1

4.1.9 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью:
50 $см^3$ - 2
100 $см^3$ - 2
250 $см^3$ - 1
1 $дм^3$ - 1

4.1.10 Колбы конические или плоскодонные по ГОСТ 25336 вместимостью:
100 $см^3$ - 7
500 $см^3$ - 1

4.1.11 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336 диаметром 3-4 см - 1

4.1.12 Установки для отгонки аммиака (колбы круглодонные термостойкие вместимостью 250 $см^3$, каплеуловители с отводом, холодильники с прямой трубкой и колбы плоскодонные вместимостью 100 $см^3$) по ГОСТ 25336 - 2

4.1.13 Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью:
250 $см^3$ - 1
1 $дм^3$ - 1

4.1.14 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 2

4.1.15 Колонка ионобменная d=2-4 см и h=50-60 см - 1

4.1.16 Эксикатор по ГОСТ 25336 - 1

4.1.17 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров - 1

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Хлорид аммония NH_4Cl по ГОСТ 3773, х.ч.

4.2.2 Реактив Несслера $K_2[HgI_4]\cdot KOH$ или $K_2[HgI_4]\cdot NaOH$ поТУ 6-09-2089, ч.д.а или иодид калия KI по ГОСТ 4232, ч.д.а и иодид ртути (II) HgI_2 по ТУ 6-09-02-375, ч.д.а.

4.2.3 Тартрат калия-натрия, тетрагидрат (сегнетова соль) $KNaC4H_4O_6\cdot 4H_2O$ по ГОСТ 5845, ч.д.а.

4.2.4 Калия дигидрофосфат KH_2PO_4 по ГОСТ 4198, ч.д.а.

4.2.5 Калия гидрофосфат тригидрат $K_2HPO_4\cdot 3H_2O$ по ГОСТ 2493, ч.д.а.

4.2.6 Натрия гидроксид NaOH по ГОСТ 4328, ч.д.а.

4.2.7 Серная кислота H_2SO_4 по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.2.8 Соляная кислота HCl по ГОСТ 3118, ч.д.а.

4.2.9 Натрия карбонат Na_2CO_3 по ГОСТ 84, ч.д.а.

4.2.10 Натрия тиосульфат пентагидрат $Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O$ по ГОСТ 27068, ч.д.а.

4.2.11 Цинка сульфат гептагидрат $ZnSO_4\cdot 7H_2O$ по ГОСТ 4174, ч.д.а. или цинка хлорид $ZnCl_2$ по ГОСТ 4529, ч.д.а.

4.2.12 Катионит сильнокислотный КРС-5п-Т40 по ТУ 6-09-10-829 или другой, равноценный по характеристикам.

4.2.13 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.14 Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678.

4.2.15 Фильтры мембранные "Владипор МФА-МА", 0,45 мкм, по ТУ 6-05-1903 или другого типа, равноценные по характеристикам.

4.2.16 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Отбор и хранение проб

Отбор проб для определения аммиака и ионов аммония производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Пробы помещают в стеклянную или полиэтиленовую посуду с плотно закрывающейся пробкой. Если анализ не может быть произведен в день отбора пробы, ее консервируют прибавлением 1 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1 на 1 $дм^3$ воды и хранят в холодильнике 3-4 дня. Для более длительного хранения необходимо замораживание пробы.

Перед определением (консервацией) пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный двух-трехкратным кипячением в дистиллированной воде. Чистые фильтры хранят в плотно закрытом бюксе.

При отсутствии мембранных допустимо использовать бумажные фильтры "синяя лента", промытые безаммиачной водой. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить. Фильтрование под вакуумом недопустимо вследствие потерь аммиака за счет улетучивания, поэтому его следует проводить только путем продавливания пробы через фильтр.

6 Условия выполнения измерений

В помещении, где выполняют измерения аммиака и ионов аммония, не следует проводить работы, связанные с применением аммиака и щелочных растворов солей аммония.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 *Приготовление растворов и реактивов*

7.1.1 Реактив Несслера (щелочной раствор тетраиодмеркуриата калия)

Раствор готовят в том случае, когда отсутствует готовый реактив. 40 г KI и 57,5 г HgI_2 растворяют в 250 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают, приливают 250 $см^3$ раствора NaOH 6 моль/$дм^3$ и отстаивают в течение нескольких дней в темноте. Затем декантируют прозрачный раствор в темную склянку. Выпадение осадка не портит

реактива. Реактив устойчив длительное время.

7.1.2 Раствор тартрата калия-натрия (сегнетовой соли)

50 г $KNaC4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды при нагревании, фильтруют, добавляют 50 $см^3$ 10 % раствора NaOH и кипятят 30 мин для удаления следов NH_3; объем раствора доводят до 100 $см^3$. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

7.1.3 Раствор гидроксида натрия, 10 %

10 г NaOH растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

7.1.4 Раствор гидроксида натрия, 6 моль/$дм^3$

60 г NaOH растворяют в 250 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

7.1.5 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/$дм^3$

40 г NaOH растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

7.1.6 Раствор гидроксида натрия и карбоната натрия, 1.5 %

1,5 г NaOH и 1,5 г Na_2CO_3 растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

7.1.7 Буферный раствор, pH 7,4-7,6

7,15 г KH_2PO_4 и 45,05 г $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ помещают в мерную колбу вместимостью 0,5 $дм^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и перемешивают. При отсутствии калийных солей допустима замена их на эквивалентное количество натриевых солей; при этом обязателен контроль pH по pH-метру.

Раствор хранят не более месяца.

7.1.8 Раствор тиосульфата натрия 0,1 моль/$дм^3$ эквивалента

2,48 г $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ растворяют в 100 $см^3$ безаммиачной воды. Раствор хранят не более месяца.

7.1.9 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ или 10 г $ZnCl_2$ растворяют в 90 $см^3$ безаммиачной воды. Раствор устойчив при хранении в герметично закрытой посуде.

7.1.10 Раствор серной кислоты 0,05 моль/$дм^3$

0,55 $см^3$ концентрированной серной кислоты приливают к 200 $см^3$ безаммиачной воды и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в герметично закрытой посуде.

7.1.11 Раствор соляной кислоты 1 моль/$дм^3$

84 $см^3$ концентрированной соляной кислоты растворяют в 916 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив.

7.1.12 Получение безаммиачной воды

Способ 1. Дистиллированную воду пропускают через колонку, заполненную катионитом, со скоростью 1-2 капли в секунду. Первые 100-150 $см^3$ воды, прошедшей через колонку, отбрасывают. Хранят безаммиачную воду в плотно закрытой стеклянной посуде не более недели.

Способ 2. К 1 $дм^3$ дистиллированной воды добавляют 1 $см^3$ 1,5 % раствора гидроксида натрия и карбоната натрия. Кипятят в открытой колбе или стакане до уменьшения объема вдвое. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

7.1.19 Подготовка колонки с катионитом

50-60 г сухого катионита замачивают на сутки в дистиллированной воде. После этого переносят катионит в колонку, так, чтобы не образовалось воздушных пузырьков. Пропускают через колонку с катионитом последовательно по 100 $см^3$ раствора соляной кислоты 1 моль/$дм^3$, дистиллированной воды и раствора гидроксида натрия 1 моль/$дм^3$ со скоростью 1-2 капли в секунду, повторяя процедуру 8-10 раз. Заканчивают обработкусмолы пропусканием 100 $см^3$ раствора соляной кислоты. Промывают колонку дистиллированной водой до pH 6 по универсальной индикаторной бумаге, пропуская воду с максимально возможной скоростью. Колонка с катионитом пригодна к работе длительное время. При ухудшении качества безаммиачной воды колонку регенерируют, пропуская 100 $см^3$ раствора соляной кислоты 1 моль/$дм^3$ и промывая дистиллированной водой. Хранят колонку заполненной водой.

7.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из хлорида аммония в соответствии с 7.2.1-7.2.3.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 0,7 % относительно приписанного значения массовой концентрации аммонийного азота.

7.2.1 Раствор хлорида аммония с массовой концентрацией аммонийного азота 500 мг/$дм^3$

0,9547 г NH_4Cl, предварительно высушенного в сушильном шкафу при 105-110 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают.

Раствор хранят не более 3 мес в темной склянке при комнатной температуре и до 6 мес в холодильнике.

7.2.2. Раствор хлорида аммония с массовой концентрацией аммонийного азота 25 $мг/дм^3$

Пипеткой с одной отметкой отбирают 5 $см^3$ раствора с массовой концентрацией аммонийного азота 500 $мг/дм^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки безаммиачной водой.

Раствор хранят не более 5 дней.

7.3 Установление градуировочной зависимости

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ с помощью градуированных пипеток вместимостью 5 и 10 $см^3$ приливают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ раствора с концентрацией аммонийного азота 25 $мг/дм^3$ и доводят безаммиачной водой до метки. Полученные растворы соответствуют массовым концентрациям аммонийного азота 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 $мг/дм^3$. Растворы полностью переносят в сухие конические колбы вместимостью 100 $см^3$. Далее определение проводят в соответствии с разделом "Выполнение измерений". Градуировочную зависимость устанавливают в координатах: массовая концентрация аммонийного азота в $мг/дм^3$ - оптическая плотность графически или рассчитывают методом наименьших квадратов.

Проверку градуировочной зависимости осуществляют при замене реактива Несслера или измерительного прибора, но не реже одного раза в квартал.

8 Выполнение измерений

8.1 Выполнение измерений аммонийного азота без отгонки

Отмеряют цилиндром 50 $см^3$ отфильтрованной анализируемой воды, помещают ее в сухую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают

1 $см^3$ раствора сегнетовой соли, перемешивают, затем добавляют 1 $см^3$ реактива Несслера и опять хорошо перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность проб на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или спектрофотометре (λ = 440 нм) в кюветах с длиной поглощающего слоя 2 см против дистиллированной воды.

Одновременно с серией проб анализируемой воды проводят определение в холостой пробе, в качестве которой берут 50 $см^3$ безаммиачной воды. Оптическую плотность холостой пробы вычитают из оптической плотности анализируемых проб.

Если массовая концентрация аммонийного азота в анализируемой воде превышает 4,0 $мг/дм^3$, то для определения берут аликвоту меньшего объема и доводят объем до 50 $см^3$ безаммиачной водой.

Если анализируемая вода была законсервирована серной кислотой, после добавления раствора сегнетовой соли следует добавить 2 капли раствора NaOH 6 $моль/дм^3$.

В присутствии активного хлора к пробе до прибавления реактивов приливают эквивалентное хлору количество раствора тиосульфата натрия. Содержание активного хлора должно быть определено заранее.

При анализе окрашенных вод вводят поправку на цветность. Для этого к другой порции анализируемой воды добавляют все реактивы кроме реактива Несслера, вместо которого приливают 1 $см^3$ 10 % раствора NaOH. Оптическую плотность полученного раствора вычитают из оптической плотности пробы. Если значение оптической плотности, обусловленное окраской пробы, превышает 0,3, следует использовать определение аммонийного азота после отгонки.

8.2 Выполнение измерений аммонийного азота с отгонкой

100 $см^3$ анализируемой воды помещают в перегонную колбу, добавляют 40 $см^3$ буферного раствора с pH 7,4-7,6 и отгоняют пробу в плоскодонную колбу вместимостью 100 $см^3$, содержащую 10 $см^3$ раствора серной кислоты 0,05 $моль/дм^3$, до объема примерно 90 $см^3$ (на колбе должна быть сделана соответствующая метка). Если проба была законсервирована серной кислотой, ее следует предварительно нейтрализовать с помощью раствора NaOH 6 $моль/дм^3$ до pH 7-8 по универсальной индикаторной бумаге. При отгонке выходной отросток холодильника должен быть погружен в раствор серной кислоты. При

необходимости его можно удлинить с помощью стеклянной трубки, пристыкованной к холодильнику с помощью резиновой трубки.

Для устранения влияния активного хлора, в колбу до отгонки следует добавить эквивалентное количество раствора тиосульфата натрия.

В присутствии сульфидов к пробе до отгонки добавляют 1 $см^3$ раствора соли цинка.

После отгонки пробу из колбы-приемника переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, промывают трубку холодильника и колбу-приемник небольшим количеством безаммиачной воды и присоединяют промывную воду к пробе. Доводят раствор в колбе до метки безаммиачной водой и перемешивают. Далее отбирают 50 $см^3$ отгона в коническую колбу и проводят определение аммонийного азота, как описано выше.

Холостой опыт выполняют аналогично, используя 100 $см^3$ безаммиачной воды.

9 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию аммонийного азота в анализируемой пробе воды C_x находят по градуировочной зависимости с учетом разбавления.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \quad (P = 0,95), \qquad (1)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации аммонийного азота (таблицы 1,2).

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

Концентрацию свободного аммиака находят, исходя из суммарного содержания аммонийного азота, температуры и pH воды по таблице 3.

Таблица 3 - Относительное содержание азота аммиака в воде (в процентах от общего содержания аммонийного азота)

Темпе-ратура,° С	pH								
	6,0	7,0	8,0	9,5	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0
25	0,05	0,49	4,7	13,4	32,9	60,7	83,1	93,9	98,0
15	0,02	0,23	2,3	6,7	19,0	42,6	70,1	88,1	96,0
5	0,01	0,11	0,90	3,3	9,7	25,3	51,7	77,0	91,5

10 Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок совместно с методом разбавления пробы. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны.

Измеряют массовую концентрацию аммонийного азота в исходной пробе (C_x), в пробе, разбавленной в n раз (n = 1,5 - 2,5) (C_p) и в пробе, разбавленной в n раз с введенной добавкой ($C_{рд}$). Величина добавки ($C_д$) должна составлять 40-60 % от концентрации аммонийного азота в исходной пробе. При отсутствии аммонийного азота в исходной пробе величина добавки равна минимально определяемой концентрации.

Результат контроля признают удовлетворительным, если:

$$|C_{рд} - C_p - C_д| + |n \cdot C_p - C_x| \le K_п \qquad (2)$$

Норматив контроля погрешности ($K_п$) рассчитывают по формуле

$$K_п = \Delta_c + 3{,}31\,\sigma\left(\dot{\Delta}\right) \quad (P=0{,}95), \qquad (3)$$

где Δ_c и $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$ - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности измерения концентрации аммонийного азота в исходной пробе C_x (таблицы 1,2).

Если в исходной пробе аммонийный азот отсутствует, то погрешность рассчитывают для концентрации добавки

При превышении норматива повторяют определение с использованием другой пробы. При повторном превышении норматива выясняют причины приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

11 Требования безопасности

11.1 При выполнении измерений массовой концентрации аммонийного азота в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в "Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", Л., Гидрометеоиздат, 1983, или в "Типовой инструкции по технике безопасности для гидрохимических лабораторий служб Роскомвода", М., 1995.

11.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся к 1, 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

11.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

11.4 Оператор, выполняющий определения, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности при работе с солями ртути.

12 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее года.

13 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений - 5,0 чел.-ч.

На подготовку и регенерацию ионообменной колонки для получения безаммиачной воды в год - 24 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 2,0 чел.-ч.

На определение аммонийного азота в единичной пробе без отгонки - 0,4 чел.-ч.

На определение аммонийного азота в единичной пробе с отгонкой - 1,0 чел.-ч.

На определение аммонийного азота в серии из 10 проб без отгонки - 3,0 чел.-ч.

На определение аммонийного азота в серии из 10 проб с отгонкой (при одновременной отгонке 2 проб) - 7,0 чел.-ч.

Затраты времени на подготовку посуды включены в затраты времени на проведение анализа.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 141
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации аммиака и ионов аммония в водах фотометрическим методом с реактивом Несслера.

ОСНОВАНА на способности аммиака образовывать с щелочным раствором иодида ртути (реактивом Несслера) окрашенный в желто-коричневый цвет тетраиодомеркуриат аммония. Содержание аммонийного азота пропорционально оптической плотности раствора, измеряемой при длине волны 440 нм.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом, МНПП "Акватест".

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.486-95.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1992-1993 гг. и метрологической зкспертизы материалов в 1994 г.

В результате аттестации МВИ установлено:

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Значения характеристик погрешности и ее составляющих при выполнении измерений массовой концентрации аммонийного азота без отгонки (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций аммонийного азота, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,30 - 2,00	0,02	0,02	0,05
св. 2,00-4,00	0,04	0,08	0,11

Значения характеристик погрешности и ее составляющих при выполнении измерений массовой концентрации аммонийного азота с отгонкой (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций аммонийного азота, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,30 - 2,00	0,03+0,01·С	0,02	0,06+0,02·С
св. 2,00-4,00	0,03+0,01·С	0,08	0,08+0,02·С

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 10 РД 52.24.486-95.

3. Дата выдачи свидетельства март 1994 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru