

Код МКС: 13.060.50

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

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

(ИУС №7-2014)



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТА

**Часть 3. Спектрометрический метод
с использованием сульфосалициловой кислоты**

СТ РК ИСО 7890-3-2006

Издание официальное

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

Астана

Предисловие

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

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

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

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2011 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Содержание

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТА
Часть 3. Спектрометрический метод
с использованием сульфосалициловой кислоты
Water quality. Determination of nitrate.
Part 3. Spectrometric method using sulphosalicylic acid

Дата введения 2007.07.01

1 Назначение и область применения

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

Данный метод пригоден для анализа сточной и питьевой воды.

1.1 Диапазон определения

Для концентрации нитратного азота $C_N=0,2$ мг/дм³ при максимальном объеме пробы 25 см³. Этот предел можно увеличить при меньших объемах пробы.

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

1.2 Чувствительность¹⁾ метода

Чувствительность метода (минимальный предел обнаружения) составляет 0,003-0,013 мг/дм³ нитратного азота, что установлено международными межлабораторными испытаниями.

1.3 Типичные величины погрешности мешающих веществ при использовании метода.

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

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

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

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

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия.

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

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

СТ РК ИСО 7890-3-2006

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

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

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

4 Сущность метода

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

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

5 Реактивы

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

5.1 Серная кислота, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18$ моль/дм³, $\rho = 1,84$ г/см³.

Предупреждение: При использовании H_2SO_4 необходимо защищать глаза и одежду.

5.2 Ледяная уксусная кислота, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 17$ моль/дм³, $\rho = 1,05$ г/см³.

Предупреждение: При использовании ледяной уксусной кислоты необходимо защищать глаза

и одежду.

5.3 Щелочной раствор, $c(\text{NaOH}) = 200$ г/дм³,
 $c\{[\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{-COONa}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\} = 50$ г/дм³.

Осторожно растворить (200 ± 2) г гранул гидроксида натрия в 800 см³ воды. Добавить $(50 \pm 0,5)$ г ЭДТА $\{[\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{-COONa}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}$ и растворить. Охладить до комнатной температуры и добавить в мерный цилиндр воды до 1 дм³. Хранить в полиэтиленовой бутылки. Срок хранения этого реагента не ограничен.

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

5.4 Раствор азиды натрия, $c(\text{NaN}_3) = 0,5$ г/дм³.

Осторожно растворить $(0,05 \pm 0,005)$ г азиды натрия приблизительно в 90 см³ воды и довести объем до 100 см³ в мерном цилиндре. Хранить в стеклянной бутылки. Срок хранения этого реагента не ограничен.

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

П р и м е ч а н и е – Вместо раствора азиды натрия можно использовать раствор сульфаминовой кислоты, $c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = 0,75$ г/дм³.

5.5 Раствор салициловокислого натрия с $(\text{HO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COONa})=10 \text{ г/дм}^3$.

Растворить $(1 \pm 0,1)$ г салициловокислого натрия $(\text{HO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COONa})$ в $(100 \pm 1) \text{ см}^3$ воды. Хранить раствор в стеклянной или полиэтиленовой бутылки. Раствор готовить заново ежедневно.

5.6 Нитрат. Основной стандартный раствор, с $(\text{N})=1000 \text{ мг/дм}^3$.

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

Раствор хранить в стеклянном сосуде не более 2 месяцев.

5.7 Нитрат. Стандартный раствор, с $(\text{N})=100 \text{ мг/дм}^3$.

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

Раствор хранить в стеклянной бутылки не более 1 месяца.

5.8 Нитрат, рабочий стандартный раствор, с $(\text{N})=1 \text{ мг/дм}^3$.

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

6 Оборудование

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

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

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

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

6.4 Водяная баня с термостатом до $(25 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$

6.5 Цилиндры мерные по ГОСТ 25336

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

6.7 Пипетки, вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29228

6.8 Стеклянные бутылки, по ГОСТ 23932

6.9 Кюветы, по ГОСТ 20903

6.10 Бюретки, по ГОСТ 29251

6.11 Весы, по ГОСТ 24104

6.12 Секундомеры, по ГОСТ 8.423

7 Отбор проб

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

8 Методика определения

8.1 Объемы проб и их обработка

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

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

8.2 Холостой опыт

Холостой опыт проводят параллельно с определением, используя $(5,00 \pm 0,05)$ см³ воды вместо пробы. Измеренную абсорбцию обозначим, как A_b единиц.

8.3 Калибровка

8.3.1 Приготовление калибровочных растворов

В ряд чистых выпарительных чашек (6.2) добавляют из бюретки 1;2;3;4;5 см³ соответственно, рабочего стандартного раствора нитрата (5.8). Это соответствует содержанию нитрата $m(N)=1;2;3;4$ и 5 мкг в соответствующей чашке.

8.3.2 Выполнение определения

Добавить $(0,5 \pm 0,005)$ см³ раствора азиды натрия (5.4) и $(0,2 \pm 0,002)$ см³ уксусной кислоты (5.2). Выдержать не менее 5 мин, а затем выпаривать смесь досуха на кипящей водяной бане (6.3). Добавить $(1 \pm 0,01)$ см³ раствора салициловокислого натрия (5.5), хорошо перемешать и выпарить смесь снова досуха. Снять чашку с водяной бани и дать ей остыть до комнатной температуры.

Добавить $(1 \pm 0,01)$ см³ серной кислоты (5.1) и осторожно перемешивая, растворить остаток в чашке. Дать смеси отстояться около 10 мин. Затем добавить $(10 \pm 0,1)$ см³ воды, а после этого 0,1 см³ щелочного раствора (5.3).

Количественно перенести эту смесь в мерную колбу вместимостью 25 см³ с одной отметкой, но не до самой метки. Поместить колбу в водяную баню (6.4) при $(25 \pm 0,5)$ °C на (10 ± 2) мин. Затем вынуть колбу и водой довести объем до метки.

8.3.3 Спектрометрические измерения

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

Концентрация нитратного азота $C_N = 0,2$ мг/дм³ дает абсорбцию около 0,68 единицы, при помощи использования пробы в 25 мл и кювет длиной 40 мм.

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

8.3.4 Построение калибровочного графика

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

8.4 Определение

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

Затем действовать, как указано в 8.3.2 и 8.3.3.

8.5 Корректировка значения светопоглощения

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

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

9 Обработка результатов измерений

9.1 Метод расчета

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

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

или, после проведения корректировки светопоглощения пробы

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

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

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

Содержание нитрата в пробе $c(N)$, в мг/дм³, рассчитывают по формуле

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

где V – объем взятой аликвоты, в см³;

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

Таблица 1 - Таблица пересчета

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

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

Пример - $c(NO_3) = 1$ мг/дм³ соответствует $c(N) = 0,226$ мг/дм³.

9.2 Сходимость и воспроизводимость¹⁾

Стандартные отклонения сходимости и воспроизводимости даны в таблице 2.

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

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

Таблица 2 - Стандартные отклонения сходимости и воспроизводимости

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

10 Отчет о результатах измерения

Измерение должно включать следующую информацию:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) точную идентификацию пробы;
- с) подробные сведения о хранении лабораторной пробы до анализа;
- д) сведения о достигнутой сходимости в лаборатории при использовании этого метода;
- е) результат в виде с(N) мг/дм³ или с(NO₃) мг/дм³ или в виде с(NO₃) в ммоль/дм³;
- ж) какие-либо отклонения от стандартной методики или какие-либо другие обстоятельства, которые могут повлиять на результат.

Приложение А

Таблица А.1

Влияние мешающих веществ на этот метод

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

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

МКС 13.060.50

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