

Beynəlxalq standart

ISO
15923-1

Birinci nəşr
2013-12-15

Suyun keyfiyyəti - Diskret analiz sistemləri ilə seçilmiş parametrlərin müəyyən edilməsi –

I hissə

- Fotometrik aşkarlama ilə ammonium, nitrat, nitrit, xlorid, ortofosfat, sulfat və silikat**

İstinad nömrəsi
ISO 15923-1:2013(E)

© ISO 2013

Mündəricat

Ön söz	iii
Giriş	iv
1. Əhatə dairəsi	1
2. Normativ istinadlar	1
3. Məqsəd	1
4. Əlavə təsirlər	2
5. Reaktivlər	2
6. Avadanlıq	2
7. Nümunə götürmə və nümunənin hazırlanması.....	2
8. Kalibrləmə.....	3
8.1 Kalibrləmə funksiyası.....	3
8.2 Kalibrləmənin etibarlılığının yoxlanılması.....	3
9. Metodika	3
10. Hesablama	4
11. Nəticələrin ifadəsi.....	4
12. Təribənin hesabatı	4
Əlavə A (normativ) Özünəməxsus rəng üçün düzəliş	6
Əlavə B (normativ) Ammonyakın təyini	7
Əlavə C (normativ) Nitrat və nitrit cəminin hidrazin üsulu ilə	9
Əlavə D (normativ) Nitritin təyini.....	12
Əlavə E (normativ) Xloridin tiosionit üsulu ilə təyini.....	14
Əlavə F (normativ) Ortafosfatın təyini.....	16
Əlavə G (normativ) Sulfatın turbidimetrik üsulla təyini.....	19
Əlavə H (normativ) Silikatın təyini	21
Əlavə İ (məlumat xarakterli) Məlumatın etibarlılığı.....	23

Ön söz

ISO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı), Milli Standart Orqanlarının (ISO üzv orqanları) qlobal bir federasiyasıdır. Beynəlxalq Standartların hazırlanması işi adətən ISO-nun texniki komitələri vasitəsilə aparılır. Texniki komitədə qoyulan mövzuda maraqlı olan hər bir orqan üzvünün həmin komitədə təmsil olunmaq hüququ vardır. ISO ilə əlaqəli olan dövlət və qeyri-hökumət təşkilatları, beynəlxalq təşkilatlar da həmçinin bu işdə iştirak edirlər. ISO, elektrotexniki standartlaşdırmanın bütün məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexniki Komissiya (IEC) ilə sıx əməkdaşlıq edir.

Bu sənədin hazırlanmasında və sonrakı saxlanılması üçün nəzərdə tutulan prosedurlar ISO/IEC Direktivlərində I Hissədə təsvir edilmişdir. Xüsusilə, müxtəlif ISO sənəd növləri üçün lazım olan fərqli təsdiq meyarları qeyd edilməlidir. Bu sənəd ISO/IEC Direktivləri, II Hissəsinin redaksiya qaydalarına uyğun olaraq hazırlanmışdır. www.iso.org/directives

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqlarının mövzusu ola biləcəyinə diqqət çəkilir. ISO, hər hansı bir patent hüququnun müəyyən edilməsinə görə məsuliyyət daşımır. Sənədin hazırlanması zamanı müəyyən edilmiş hər hansı bir patent hüququnun təfərrüatları Girişdə və/və ya alınan patent bəyannamələrinin ISO siyahısında olacaq. www.iso.org/patents

Bu sənəddə istifadə olunan hər hansı bir ticari ad, istifadəçilər üçün məlumat xarakterlidir və rəsmi olaraq təsdiq olunmur.

Bu sənəd üçün məsul olan komitə ISO/TC 147, Suyun keyfiyyəti, Alt Komitə SC 2, *Fiziki, kimyəvi və biokimyəvi metodlardır*

ISO 15923, *Suyun keyfiyyəti - Diskret analiz sistemləri ilə seçilmiş parametrlərin müəyyən edilməsi* başlığı altında aşağıdakı hissələrdən ibarətdir:

- I Hissə: *Fotometrik aşkarlama ilə ammonium, nitrat, nitrit, xlorid, ortofosfat, sulfat və silikat,*

Giriş

Bir çox fotometrik təyinat diskret analiz sistemi ilə avtomatlaşdırıla bilər. Tək bir aparatla çoxlu sayda müxtəlif parametrlər təyin edilə bilər və hər bir nümunə üçün xüsusi parametrlər təyin edilə bilər. Kiçik həcmərlə işləmək üçün daha kiçik ölçüdə nümunə və reaktiv tələb olunur.

Normal ölçü aralığından kənara çıxan nümunələr ya avtomatik olaraq seyrəldilə bilər, ya da fərqli bir ölçü aralığı ilə yenidən ölçülə bilər.

ISO 15923-ün bu hissəsi, ayrı bir analiz sistemindən istifadə edərək fotometrik aşkarlama və sulfatın turbidimetrik təyini ilə ammonium, nitrat, nitrit, xlorid, ortofosfat və silikatın avtomatik təyin edilməsi üsullarını müəyyən edir. Tətbiq sahəsi sudur (yeraltı, içməli, səthi, tullantılar, eluatlar və qazanxana suları).

LAYIHƏ

Suyun keyfiyyəti - Diskret analiz sistemləri ilə seçilmiş parametrlərin müəyyən edilməsi –

I hissə:

Fotometrik aşkarlama ilə ammonium, nitrat, nitrit, xlorid, ortofosfat, sulfat və silikat

XƏBƏRDARLIQ - ISO 15923 -ün bu hissəsini istifadə edən şəxslər normal laboratoriya təcrübəsi ilə tanış olmalıdırlar. ISO 15923-ün bu hissəsi, istifadə ilə əlaqəli bütün təhlükəsizlik problemlərini həll etməyi hədəf götürməmişdir. Müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq təcrübələrini qurmaq və hər hansı milli tənzimləmə şərtlərinə uyğunluğu təmin etmək istifadəçinin məsuliyyətidir.

VACİBDİR - ISO 15923 -ün bu hissəsinə uyğun olaraq aparılan sınaqların müvafiq ixtisaslı işçilər tərəfindən aparılması mütləqdir.

1. Əhatə dairəsi

ISO 15923 -ün bu hissəsi ammonium, nitrat, nitrit, xlorid, ortofosfat, sulfat və silikatın təyin edilməsi üçün diskret analiz sistemi ilə spektrofotometrik və turbidimetrik analizlərin avtomatik aparılması üsullarını müəyyən edir. Tətbiq sahəsi torpaq, içməli, səth, tullantılar, eluatlar və qazanxana sularıdır.

2. Normativ istinadlar

Bu sənəddə aşağıdakı sənədlərə normativ olaraq tam və ya qismən istinad edilir və onun tətbiqi üçün əvəzolunmazdır. Tarixli istinadlar üçün yalnız istinad edilən nəşr keçərlidir. Tarixsiz istinadlar üçün isə istinad edilən sənədin ən son nəşri (hər hansı bir dəyişiklik daxil olmaqla) keçərlidir.

ISO 3696, *Analitik laboratoriya istifadəsi üçün su - Texniki şərtlər və test üsulları*

ISO 5667-3, *Suyun keyfiyyəti - Nümunə götürmə - III Hissə: Su nümunələrinin saxlanması və işlənməsi*

ISO 8466-1, *Suyun keyfiyyəti-Analitik metodların kalibrlənməsi və qiymətləndirilməsi və görülən işin xarakteristikasının qiymətləndirilməsi - I Hissə: Xətti kalibrləmə funksiyasının statistik qiymətləndirilməsi*

ISO 8466-2, *Suyun keyfiyyəti - Analitik metodların kalibrlənməsi və qiymətləndirilməsi və görülən işin xarakteristikasının qiymətləndirilməsi - II Hissə Xətti olmayan ikinci dərəcəli kalibrləmə funksiyaları üçün kalibrləmə strategiyası*

3. Məqsəd

Diskret analiz sistemi spektrofotometrik və turbidimetrik təyinatlar üçün avtomatlaşdırılmış sistemdir.

Rəng reaksiyaları inkubator da küvet ola bilən reaksiya hücrələrində baş verir. Hər bir təyin üçün ayrı bir reaksiya hücrəsi istifadə olunur. Nümunənin və reaktivlərin əvvəlcədən təyin edilmiş həcmi hücrələrə pipetlə əlavə edilir və qarışdırılır.

İnkubasiya müddəti bitdikdən sonra məhlulun udulma qabiliyyəti təyin olunan dalğa uzunluğunda ölçülür. Bu, küvetləri fotometrədən keçirməklə və ya reaksiya hücrələrini axın vasitəsi ilə fotometrə köçürməklə həyata keçirilir.

4. Əlavə təsirlər

Nümunədə olan hissəciklər tıxanmalara səbəb olur və fotometrik ölçməyə mane ola bilər. Yalnız ümumi fosfat və Kjeldahl azot həll edilməsinin təyini istisna olmaqla bütün nümunələr membranı 0,45 µm olan filtr vasitəsilə süzülməsi tövsiyə olunur (bax Əlavə B və F).

Bu üsul, əksər təbii suları əhatə edən pH dəyəri 5 ilə 9 aralığında olan nümunələrə tətbiq edilir. Bu göstəricilərin xaricində olan nümunələr pH korreksiyası tələb edə bilər.

Nümunənin özünəməxsus rəngi və ya bulanıqlığı aparılan təhlilə əlavə təsirlər edir. Bu cür əlavə təsirlərin qarşısının alınması üçün Əlavə A-ya baxın. Hər bir parametərə xas olan əlavə təsirlər Əlavə B-dən H-a qədər müzakirə olunur.

QEYD Təbii rəngə əlavə təsir, xromogen reaktivin əlavə edilməsindən əvvəl (nümunənin boşaldılması) nümunənin udma qabiliyyətinin ölçülməsi və ya kompensasiya edici məhlulun (xromogen tərkibli olmayan ölçü məhlulu) istifadəsi ilə kompensasiya edilməlidir. Ətraflı məlumat üçün Əlavə A-ya baxın. Bulanıqlığın düzəldilməsi üçün etibarlı bir prosedur verilməz. Lambert-Beer qanunu bulanığın həlli üçün tətbiq edilmir. Bundan əlavə, bir çox xromogen reaktivlər və rəngli komplekslər hissəciklərdə adsorbsiya olunur.

5. Reaktivlər

Hər bir parametərə üçün reaktivlər Əlavə B -dən H -ə qədər göstərilmişdir. Müvafiq əlavədə başqa hal nəzərdə tutulmayıbsa, yalnız tanınmış analitik dərəcəli reaktivlərdən istifadə edin. Bütün bərk reaktivləri termal stabil olması şərti ilə 105 ± 5 ° C -də ən azı 1 saat qurudun. Qurudulmuş bərk maddələri tərəzidə çəkənə qədər quruducuda saxlayın. Əlavə B-dən H-a qədər göstərilən reaktiv həcmi yerli tələblərə və ya fərqli alət xüsusiyyətlərinə uyğun tənzimləyə bilər.

5.1 Su, ISO 3696-da müəyyən edildiyi kimi 1-ci sinifə uyğundur.

6. Avadanlıq

6.1 Diskret analiz sistemi, ümumiyyətlə aşağıdakı komponentlərdən ibarətdir:

6.1.1 İneksiya qurğusu, avtomatik və ya əl ilə idarə etmək üçün

6.1.2 Nümunə konteynri

6.1.3 Reaktiv konteyneri, soyuduculu və ya adi

6.1.4 Temperatur nəzarətli inkubator, məs., 37 ° C sabit bir temperatur saxlaya bilər.

6.1.5 UV/VIS detektoru, məs. spektrofotometr, adətən 340 nm və 880 nm arasında olan bir dalğa uzunluğu aralığına uyğundur.

6.1.6 Müşahidə(yoxlama) və məlumat emalı qurğusu

6.1.7 Qeyd cihazı, məs., məlumatların toplanması və qiymətləndirilməsi üçün proqram təminatı olan kompüter.

7. Nümunə götürmə və nümunənin hazırlanması

Nümunə götürmək üçün təmiz qablardan istifadə edin.

Bulanıqlıq və ya hissəciklər spektrofotometrik aşkarlamaya mane olur. 0,45 µm membrandan ilə nümunələri filtrasiya yolu süzün (çökdürmə, sentrafuqadan keçirməklə və ya dializ də istifadə

oluna bilər).Filtr membranı ilə çirklənmənin qarşısını almaq üçün ilk 20-30 ml filtratı atın. Ümumi fosfatın təyin edilməsi üçün nümunələr süzülməməlidir. Əlavə F -ə baxın.

Nümunəni müvafiq əlavədə xüsusi təlimat verilmədiyi təqdirdə Əlavə B-H və ya ISO 5667-3 standartına uyğun hazırlayın və müvafiq şəkildə saxlayın.

Boş nümunəsini (5.1) nümunələr ilə eyni şəkildə hazırlayın, əsas təcrübə üçün istifadə edin.

Nümunələrə yaxın göstəriciləri olan əsas nəzarət standartından standart bir yoxlama məhlulu hazırlayın. Nümunə üçün yerli tələblərə uyğun olaraq müəyyən bir vaxt aralığında hissələrlə işləyin. Hər 20 nümunə üçün minimum bir fasilə tövsiyə olunur.

8. Kalibrəmə

8.1 Kalibrəmə prosesi

Analitik sistem ilk dəfə qiymətləndirildikdə və aralıqların sonunda, hər bir parametrl üçün aşağıdakı kimi bir kalibrəmə funksiyası qurun (bax: ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2):

Sıfır konsentrasiyalı məhlul də daxil olmaqla, əsas kalibrəmə standartından istifadə edərək, Əlavə B-H-da təsvir olunan müvafiq parametrl üçün kalibrəmə məhlullarına uyğun sıralar hazırlayın.

Kalibrəmə məhlullarını Bənd 9 və cihaz istehsalçısının təlimatlarına uyğun olaraq analiz edin.

Alınan məlumatların etibarlılığını təsdiq edin və ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2-də göstərilədiyi kimi regressiya xəttini hesablamalı üçün istifadə edin.

Müvafiq kalibrəmə standart məhlulunu analiz edərək qurulmuş kalibrəmə funksiyasının davamlılığını müntəzəm olaraq, dəqiqlik tələblərinə uyğun və ya ən azı bir hissənin sonunda yoxlayın.

Zəruri hallarda kalibrəməni təkrar edin.

8.2 Kalibrəmənin etibarlılığının yoxlanılması

Tam kalibrəmə funksiyası hər gün qurulmursa, quraşdırma prosedurundan sonra kalibrələnmiş iş aralığının aşağı və yuxarı ücdə birində iki kalibrəmənin standart məhlulnu təhlil edərək əsas kalibrəmənin etibarlılığını yoxlayın (bax: Bənd 9).

Etibarlılıq tələblərinə uyğun olaraq və ya ən azından seriyanın sonunda bir standart kalibrəmə məhluluna uyğun təhlil edərək müəyyən edilmiş kalibrəmə funksiyasının davamlılığını yoxlayın.

Zəruri hallarda kalibrəməni təkrar edin.

9. Metodika

Cihaz istehsalçısının təlimatlarına uyğun olaraq diskret analiz sistemini qurun.

Sistemi Bənd 8-ə və cihaz istehsalçısının təlimatlarına uyğun olaraq kalibr edin.

Nümunələri Bənd 7 və Əlavələr B-H-yə uyğun olaraq hazırlayın. Uyğun bir inkubasiya temperaturu və müddəti udulma qabiliyyəti ölçmələrinin sabitliyi üçün vacibdir. Tövsiyə olunan inkubasiya temperaturları və vaxtları ilə bağlı təlimatlar üçün Əlavə B-H-yə baxın. Əlavə B-H -

də verilən inkubasiya müddətlərinin təcrübəyə görə dəyişə biləcək tövsiyələr olduğunu unutmayın.

Nümunələrdə udulma qabiliyyətini Əlavə B-H -dəki şərtlər və cihaz istehsalçısının təlimatlarını istifadə edərək ölçün. Nümunəni Əlavə A və cihaz istehsalçısının təlimatlarına uyğun olaraq ölçün.

Nümunənin udma qabiliyyəti üst kalibrəmə məhlulunun göstəricisindən çox olarsa, nümunənin miqdarını azaldın və yaxud kalibrəmə aralığının yuxarı yarısına gətirmək üçün nümunə qəbulunu uyğun bir əmsalla azaldın və yenidən analiz edin. Lazım gələrsə, nümunənin udma qabiliyyətini düzəldin (Əlavə A -ya baxın).

Əlavə B-H -də nəzərdə tutulmuş prosedurlar müxtəlif alətlərə görə və ya yaxud müxtəlif konsentrasiyaları parametrləri və ya da fərqli nümunə tipləri üçün metodun diapazonunu və ya həssaslığını dəyişdirməyə görə dəyişdirilə bilər.

10. Hesablama

Alınan düzəldilmiş udulma qabiliyyətinin dəyərlərindən istifadə edərək, ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2-də göstəriləni kimi, kalibrəmə xəttindən (bax: Bənd 8) litrdə mikroiqram ($\mu\text{g/l}$) və ya litrdə milliqram (mq/l) nisbətə göstərilən parametrin kütlə konsentrasiyasını (ρ) hesablayın (bax Bənd 9). Hər hansı bir durulaşma faktorunu nəzərə alın. Bu hesablama ümumiyyətlə cihazın proqramından istifadə edərək avtomatik olaraq həyata keçirilə bilər.

11. Nəticələrin ifadəsi

Nəticələr maksimum üç əhəmiyyətli rəqəmlə (əh. rəq) ifadə edilməlidir.

NÜMUNƏLƏR Fosfat = 1,11 mq/l P (3 əh. rəq), 1,1 mq/l P (2 əh.rəq), 1 mq/l (1 əh.rəq).

Nəticələr barədə hesabat verməzdən əvvəl, tələb olunan ifadə vahidlərini müəyyən etmək vacibdir. Məsələn, ammonium, nitrat, nitrit ion kimi azot N kimi ifadə edilə bilər. Ortofosfat üçün nəticələr P və ya PO_4 , silikat isə SiO_4 , SiO_2 və ya Si olaraq ifadə edilə bilər.

Müvafiq konversiya əmsalları Cədvəl 1 -də verilmişdir.

Cədvəl 1. Konversiya əmsalları

Parametr	Vahid	Çevrilmə əmsalı	Çevrilmə vahidi
Amonyak	mg/l N	1,286	mg/l NH_4
Amonyak	mg/l NH_4	0,7778	mg/l N
Nitrat	mg/l N	4,427	mg/l NO_3
Nitrat	mg/l NO_3	0,2259	mg/l N
Nitrit	mg/l N	3,285	mg/l NO_2
Nitrit	mg/l NO_2	0,3044	mg/l N
Ortofosfat	mg/l P	3,066	mg/l PO_4
Ortofosfat	mg/l PO_4	0,3261	mg/l P
Silikat	mg/l Si	3,279	SiO_4
Silikat	mg/l SiO_4	0,3050	mg/l Si
Silikat	mg/l Si	2,139	mg/l SiO_2
Silikat	mg/l SiO_2	0,4674	mg/l Si
Silikat	mg/l SiO_2	1,533	mg/l SiO_4
Silikat	mg/l SiO_4	0,6525	mg/l SiO_2

12. Təcrübənin hesabatı

Təcrübənin hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- a) ISO 15923-ün bu hissəsinə istinadla birlikdə istifadə olunan təcrübə üsulu (yəni ISO 15923-1: 2013);
- b) nümunənin eyniləşdirilməsi üçün lazım olan detallar;
- c) analizin tarixi;
- d) analitik nəticələr (bax: Bənd 11);
- e) bu metoddan hər hansı bir yayınma və nəticələrə təsir edə biləcək hallar haqqında hesabat.

LAYIHƏ

Əlavə A (normativ)

Özünəməxsus rəng üçün düzəliş

A.1 Ümumi

Özünəməxsus rəngin düzəldilməsi üçün iki imkan A.2 və A.3-də təsvir edilmişdir. Bir qayda olaraq, bulanıqlığı düzəltmək mümkün deyil. Əksər hallarda, hissəciklər səbəbiylə meydana gələn maneəni nümunələri diqqətlə süzmək, çökdürmək, sentrifüqadan keçirməklə və ya dializ etməklə qarşısını almaq olar.

A.2 Nümunə qoymaq

Nümunə qoyulması yalnız küvet kimi xidmət edən reaksiya hüceyrələrindən istifadə edildikdə mümkündür. Nümunə qoymaq, nümunə verildikdən sonra aparılır və əgər mümkündürsə nümunədə rəng dəyişikliyinə səbəb ola biləcək bir və ya daha çox reagentin paylanması sonra aparılır (məsələn, pH-nın nümunənin rənginə təsiri səbəbindən), lakin xromogen reaktivini verməzdən əvvəl. Bu nümunə qoyulması dəyəri, ölçmə məhlullarının həcmi arasında nisbət nəzərə alınmaqla ölçmə məhlulunun son udulmasından çıxılır. Standartlar eyni şəkildə ölçülür.

A.3 Kompensasiya edici məhlulun istifadəsi

Kompensasiya edici məhlul istifadə edərkən, eyni həcmdə nümunə və reaktivdən ibarət rəngi formalaşdırma ilə birləşmə buraxılan ikinci bir ölçü məhlulu hazırlanır. Bu, xromogen reaktivin əvəzinə bərabər miqdarda su əlavə etməklə və ya xromogen birləşmənin buraxıldığı ayrı bir reaktiv hazırlamaqla edilə bilər. Nümunə məhlulunda udulmadan kompensasiya olunan məhluldakı udulma çıxılır.

Əlavə B (normativ)

Ammoniumun təyini təyini

B.1 Məqsəd

Ammonium 12,6 pH-da salisilat ilə, natrium nitroprussidin katalizator olaraq iştirakı ilə natrium dixloroizosianurat qələvi hidrolizi ilə əmələ gələn hipoxlorit ilə reaksiyaya girərək təxminən mavi rəngli bir birləşmə əmələ gətirir. Reaktivin tərkibində kalsium və maqnezium ionları kimi kationların əlavə təsirini azaltmaq üçün sitrat (limon duzu) var. 660 nm-dəki udulma, ammoniumun tərkibinin bir ölçüsüdür.

QEYD Bu üsul ISO 7150-1-də verilən eyni kimyaya əsaslanır. [5]

B.2 Əlavə təsirlər

Kationların, xüsusən də kalsium və maqnezium ionlarının əlavə təsirləri sitratla (limon duzu) baş verir. Duzlu nümunələrdə, bunla yanaşı sitratın kompleksləşdirmə qabiliyyəti aşıldığı təqdirdə bu əlavə təsir meydana gələ bilər. ISO 7150-1-ə uyğun olaraq distillə apararaq bunun qarşısını almaq olar. [5] Güclü rəngli nümunələr üçün distillə də tövsiyə olunur.

Nümunələrin çox yüksək və ya aşağı pH dəyərləri nəticəyə əlavə təsir edə bilər. Hipoxloridi azalda bilən birincil aminlər və komponentlər təyin edilməsinə mane ola bilər, lakin bunlar nadir hallarda su nümunələrində konsentrasiyalara əlavə təsir edir. Nümunələrdə əlavə təsirlərin hər hansı birinin olduğuna şübhə varsa, analizdən əvvəl əlavə təsirlərin böyüklüyü qiymətləndirilməlidir.

B.3 Reaktivlər

B.3.1 Nitrat turşusu məhlulu, ρ (HNO₃), təxminən 4 q/l.

Ölçülü 1 l-lik ölçmə qabına 800 ml suya diqqətlə 4 (\pm 0,4) ml qatı nitrat turşusu [HNO₃] əlavə edin və qarışdırın. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul otaq temperaturunda saxlanıldıqda 1 il etibarlıdır.

B.3.2 Natrium nitroprussid reaktivi

250 ml ölçü kolbasına 32,5 \pm 0,3 q natrium salisilat [C₇H₅O₃Na] və 32,5 \pm 0,3 q natrium sitratı [C₆H₅Na₃O₇ · 2H₂O] təxminən 200 ml suda həll edin. PH <8,0 olduğundan əmin olun. Lazım gələrsə, nitrat turşusu ilə turşuluğu artırın (B.3.1). 0,243 qr \pm 0,002 natriumnitroprussid [Na₂ (Fe (CN)₅NO) · 2H₂O] əlavə edin və həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul qaranlıq bir qabda 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 1 həftə etibarlıdır.

DİQQƏT Lazım gələrsə, nümunə və reaktivləri qarışdırarkən hava qabarcıqlarının küvetin divarına tökülməsinin qarşısını almaq üçün uyğun bir yuyucu vasitə, məsələn polioksietilen lauril eter əlavə edin.

B.3.3 Disikloheksil karbodimid reaktiv (DIC reaktiv)

250 ml ölçü kolbasında 8,0 ($\pm 0,1$) q natrium hidroksidi [NaOH] təxminən 200 ml suda həll edin və qarışdırın, soyumağa qoyun və 0,500 \pm 0,005 q natrium dixloroizosiyanurat [Cl₂Na(NCO)₃·2H₂O] əlavə edin və həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 1 ay etibarlıdır.

B.3.4 Ammoniumun əsas standart kalibrlənmə məhlulu, ρ N = 300 mg/l.

1 l həcmi olan kalibrli bir kolbada, təxminən 750 ml suda 1,415 qr ($\pm 0,001$) ammonium sulfatı [(NH₄)₂SO₄] həll edin və su ilə işarəyə qədər doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

B.3.5 Ammoniumun əsas nəzarət məhlulu, ρ N = 200 mg/l.

Əsas kalibrləmə standartı kimi istifadə olunan standartdan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, diammonium hidrogen sitrat [(NH₄)₂HC₆H₅O₇], başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

1 l-lik ölçülü kolbada 1,615 qr ($\pm 0,001$) diammonium hidrogen sitratı təxminən 750 ml suda həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

B.4 Metodika

B.4.1 Nümunələrin əvvəlcədən işlənilməsi

Kjeldahl azot tərkibinin təyin edilməsi üçün nümunələr əvvəlcə hidroliz edilməlidir.

QEYD ISO 5663 [1] parçalanma üçün istifadə edilə bilər.

B.4.2 Kalibrləmə

Kalibrləmə əyrisi ümumiyyətlə birinci dərəcəli olur.

B.4.3 Təhlil

İnkubasiya temperaturu 30°C ilə 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulunu hazırlayın:

- həcminə görə maksimum 10 hissə nümunə;
- həcminə görə natrium nitroprussid reaktivinin 1 hissəsi (B.3.2). Hər əlavədən sonra ölçmə məhlulunu qarışdırın;
- 1 \pm 0,2 həcminə görə DIC reaktivinin bir hissəsi (B.3.3). Hər dəfə əlavə etdikdən sonra ölçmə məhlulunu qarışdırın. DIC reaktivinin əlavə edilməsindən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 480 s -dir.

İnkubasiya müddətindən sonra optiki sıxlığı 660 nm-də ölçün.

QEYD Bu üsul üçün tipik bir kalibrləmə aralığı 0,05 mq/l N -dən 2,0 mq/l N -ə qədərdir

Əlavə C (normativ)

Nitrat və nitrit cəminin hidrazin üsulu ilə təyini

C.1 Məqsəd

Nitrat, hidrazin sulfat ilə nitrit halına salınır. Həm bu reaksiyadan əmələ gələn nitrit, həm də nümunədə olan nitrit daha sonra qırmızı rəngli bir diazid birləşməsi çıxarmaq üçün sulfanilamid və N- (1-naftil) etilendiamin dihidroklorid (NED) ilə reaksiyaya girir.

540 nm-də ölçülən optiki sıxlıq mövcud nitrit və nitrat miqdarının cəminin ölçüsüdür.

QEYD 1 Bu üsul, ISO 13395 -də [6] eyni kimyaya əsaslanır, lakin ISO 13395 nitratın azaldılması üçün kadmium sütunundan istifadə edir (Qeyd 3).

Qeyd 2 Bu üsulla tam oksidləşmiş azotun miqdarı təyin olunur. Nitratın dəqiq konsentrasiyasını əldə etmək üçün nitritin miqdarını çıxarmaq lazımdır. Nitrit, metoddan hidrazin azaldılması addımını ataraq təyin edilir. Əlavə D -ə baxın.

Qeyd 3 Nitrat, hidrazin sulfatın yerinə bir kadmium sütunu ilə nitrit halına da endirilə bilər.

C.2 Əlavə təsirlər

10 mq/l sulfid konsentrasiyası nəticədə 10 % əlavə təsirə səbəb ola bilər. 100 mq/l -dən çox olan xlor da xəyata səbəb ola bilər. Nitrat təyin edilməzdən əvvəl nitritə çevrilir.

Yarana biləcək əlavə təsirlərin daha da müzakirə edilməsi üçün D.2 -ə baxın.

C.3 Reaktivlər

C.3.1 Mis sulfat məhlulu, $\rho = 3,9$ q/l.

100 ml ölçü kolbasında 100 ml suda 0,39 qr ($\pm 0,01$) mis sulfat [$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$] həll edin.

Bu məhlul otaq temperaturunda saxlanıldıqda 6 ay etibarlıdır.

C.3.2 Sink sulfat məhlulu, $\rho = 45$ g/l.

100 ml ölçü kolbasında 4,5 qr ($\pm 0,1$) sink sulfatı [$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$] 100 ml suda həll edin.

Bu məhlul otaq temperaturunda 6 ay etibarlıdır.

C.3.3 Natrium hidroksid məhlulu, $\rho = 8$ q/l.

100 ml ölçü kolbasında 0,80 qr ($\pm 0,04$) natrium hidroksidi [NaOH] 100 ml suda həll edin.

Qapalı bir qabda saxlanılırsa, bu məhlul ən az 1 həftə etibarlıdır.

DİQQƏT Lazım gələrsə, uyğun bir yuyucu vasitə əlavə edin. Məsələn, nümunə və reaktivləri qarışdırarkən hava qabarcıqlarının küvetin divarına yapışmasını qarşısını almaq üçün polioksietilen lauril eter, Ca və Mg çöküntüsü ilə əlaqədar problemləri azaltmaq üçün sodyum hidroksid məhluluna 0,3 ml fosfor turşusu (85 %) əlavə edilə bilər.

C.3.4 Azaldıcı reagent

250 ml ölçü kolbasında 0,163 qr \pm 0,001 hidrazin sulfatı $[N_2H_4 \cdot H_2SO_4]$ təxminən 200 ml suda həll edin. 0,375 ml \pm 0,005 mis sulfat məhlulu (C.3.1) və 2,50 ml \pm 0,05 sink sulfat məhlulu (C.3.2) əlavə edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 2 həftə etibarlıdır.

Azaldıcı məhlulun optimal hidrazin konsentrasiyası hər partiya üzrə fərqlənə bilər və bu göstərici yeni partiya istifadə edildikdə yenidən təyin olunmalıdır.

Məhsuldarlığın azalmasını NO_3-N ölçü aralığının təxminən 100 % -ni təşkil edən eyni N konsentrasiyası olan bir nitrat və nitrit məhlulunu analiz edərək təyin edin. Nitrat məhlulunun udma qabiliyyəti nitrit məhlulunun absorbansının 95 %-dən 110 %-ə qədər olmalıdır. Nitratın udma qabiliyyəti nitrit məhlulundan aşağı olarsa, nitratın çevrilməsi tamamlanmamışdır. Absorbsiya bu diapazonda olana qədər hidrazinin miqdarı artırılmalıdır.

C.3.5 NED reaktivi

1 l-lik ölçmə kolbasına diqqətlə 500 ml suya 50 ml fosfor turşusu $[H_3PO_4]$ (85 %) əlavə edin. 5,0 qr \pm 0,1 sulfanilamid $[C_6H_8N_2O_2S]$ əlavə edin və həll edin. 0,25 qr \pm 0,01 N-(1 naftil) etilendiamin dihidroxlörür $[C_{12}H_{16}Cl_2N_2]$ (NED) əlavə edin, birlikdə həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Qaranlıq bir qabda bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 1 ay etibarlıdır.

C.3.6 Nitratın əsas standart kalibrənmə məhlulu, $\rho N = 600 \text{ mg/l}$

Kalium nitratını $[KNO_3]$ ən azı 2 saat $105 \pm 5^\circ C$ temperaturda qurudun. Bir quruducuda ən az 45 dəqiqə soyudun və $4,331 \pm 0,001$ qr 1 l-lik ölçü kolbasında təxminən 750 ml suda həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

C.3.7 Nitratın əsas nəzarət standartı, $\rho N = 400 \text{ mg/l}$.

Əsas kalibrənmə standartı kimi istifadə olunan standartdan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, sodium nitrat $[NaNO_3]$ başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

Sodyum nitratı 2 saat $105 \pm 5^\circ C$ temperaturda qurudun. Bir quruducuda 45 dəqiqə soyudun və $2,427 \pm 0,001$ qr 1 l-lik ölçülül kolbada təxminən 750 ml suda həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

C.4 Metodika

C.4.1 Kalibrləmə

Kalibrləmə əyrisi ümumiyyətlə birinci dərəcəli olur.

C.4.2 Analiz

İnkubasiya temperaturu 30°C ilə maksimum 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulu hazırlayın:

- həcminə görə sodyum hidroksid məhlulunun 1 hissəsi (C.3.3);
- nümunənin həcminə görə hissələri $1 \pm 0,1$. Hər əlavə etmədən sonra məhlulu qarışdırın. Nümunə əlavə edildikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 180 s -dir;
- Həcmə görə azalan reaktivinin $1 \pm 0,2$ hissəsi (C.3.4). Hər əlavədən sonra məhlulu qarışdırın. TON-2 reaktivinin əlavə edilməsindən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 420 s-dir;
- NED reaktivinin həcminə görə $1 \pm 0,5$ hissəsi (C.3.5). Hər əlavədən sonra məhlulu qarışdırın. NED reagentinin əlavə edilməsindən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 300 s -dir.

Son inkubasiyadan sonra 540 nm-də udma qabiliyyətini ölçün.

QEYD Bu üsul üçün tipik bir kalibrləmə aralığı 0,1 mq/l N -dən 6,0 mq/l N -ə qədərdir.

Nitratı təyin etmək üçün bu prosedurdan istifadə edərək əldə edilən nəticədən nitrit dəyərini çıxarın (Əlavə D -yə baxın).

Əlavə D (normativ)

Nitritin təyini

D.1 Məqsəd

Bir turş mühitdə nitrit, sulfanilamid və naftil etilendiamin (NED) ilə reaksiya verərək qırmızı rəngli bir diazid birləşməsinə əmələ gətirir. 540 nm-dəki absorbans nitrit tərkibinin bir ölçüsüdür.

QEYD Bu üsul ISO 6777 -də verilən eyni kimyaya əsaslanır. [3]

D.2 Əlavə təsirlər

Yüksək qələvilik nəticəyə təsir edir. Hidrogen karbonat qələviliyi > 300 mq/l olan nümunələr, xromogen reagentlə işlənmədən sonra pH 1,9 olmasını təmin etmək üçün analizdən əvvəl fosfor turşusunun azaldılmasını və ya əlavə edilməsini tələb edə bilər. Sərbəst xlor, xloraminlər və yüksək miqdarda polifosfat, dəmir (III) və ya tiosulfat da nəticəyə təsir edə bilər. Nümunələrdə bu təsiredicilərin hər hansı birinin olduğuna şübhə varsa, analizdən əvvəl təsirin böyüklüyü qiymətləndirilməlidir.

D.3 Reaktivlər

D.3.1 NED reaktivi

1 l-lik ölçü qabına diqqətlə 500 ml suya 50 ml fosfor turşusu [H_3PO_4] (85 %) əlavə edin. 5,0 qr \pm 0,1 sulfanilamid [$C_6H_8N_2O_2S$] əlavə edin və həll edin. 0,25 qr \pm 0,01 N- (1- naftil) etilendiamin dihidroxlorid [$C_{12}H_{16}Cl_2N_2$] əlavə edin, həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun. Qaranlıq bir qabda bu məhlul $2^\circ C$ ilə $8^\circ C$ arası temperaturda saxlanıldıqda 1 ay etibarlıdır.

D.3.2 Nitritin əsas standart kalibrləməsi, $\rho N = 200$ mg/l.

Natrium nitritini [$NaNO_2$] 1 saat $105 \pm 5^\circ C$ temperaturda qurudun. Bir quruducuda 45 dəqiqə soyudun və $0,985 \pm 0,001$ g 1 l-lik ölçü qabında təxminən 750 ml suda həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul $2^\circ C$ ilə $8^\circ C$ arası temperaturda saxlanıldıqda 1 ay etibarlıdır.

D.3.3 Nitritin əsas nəzarət standartı, $\rho N = 125$ mq/l.

Əsas kalibrləmə standartı kimi istifadə olunan standartdan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, kalium nitrit [KNO_2] başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

105 ± 5 ° C temperaturda ən az 2 saat qurudun. Quruducuda ən az 45 dəqiqə soyudun və həll edin 0,759 ± 0,001 qr 1 l-lik ölçü qabına təxminən 750 ml su tökün və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

D.4 Metodika

D.4.1 Kalibrləmə

Kalibrləmə əyrisi ümumiyyətlə birinci dərəcəli olur.

D.4.2 Analiz

İnkubasiya temperaturu 20°C ilə 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulu hazırlayın:

- həcmə görə maksimum 5 hissə nümunə;
- həcmə görə NED reaktivinin 1 hissəsi (D.3.1). NED reagentini əlavə etdikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti ən az 360 s -dir. Hər əlavədən sonra həllini qarışdırın.

İnkubasiyadan sonra absorbansı 540 nm -də ölçün.

QEYD 1 Bu üsul üçün tipik bir kalibrləmə aralığı 0,01 mq/l N -dən 0,6 mq/l N -ə qədərdir.

QEYD 2 NED reaktivindən (D.3.1) sulfanilamid və N-(1-naftil) etilendiamin dihidrokloridi çıxarmaqla özünəməxsus rəng üçün kompensasiyaedici bir məhlulu hazırlana bilər. Əlavə A -ya da baxın.

Əlavə E (normativ)

Xloridin tiosionit üsulu ilə təyini

E.1 Məqsəd

Xlorid, civə (II) tiosionitlə reaksiya verərək ionlaşmamış (lakin həll olunan) civə (II) xlorid və bərabər miqdarda sərbəst tiyosionit əmələ gətirir ki, bu da dəmir (III) ilə qırmızı kompleks əmələ gətirir.

Bu üsul ISO 15682 -də verilən eyni kimyaya əsaslanır. [7]

480 nm-də absorbans xlor tərkibinin bir ölçüsüdür.

E.2 Əlavə təsirlər

Sərbəst tiyosioniti civə (II) tiosionitindən azad edən birləşmələr, məs. bromid və yodid, əlavə təsirlər edəcək. Bromid 30 mq/l -dən yuxarı əhəmiyyətli bir əlavə təsirə səbəb olur. Əlavə təsirin konsentrasiyası məlumdursa, hesablamada bu nəzərə alına bilər. Sulfid də əlavə təsir edir və 5 ml 30 %-lik hidrogen peroksid əlavə etməklə aradan qaldırıla bilər (satışda mövcuddur). Hər hansı bir şübhəli əlavə təsirlərin miqyası analizdən əvvəl qiymətləndirilməlidir.

E.3 Reaktivlər

E.3.1 Civə tiosionit məhlulu, $\rho = 4,16$ q/l.

100 ml-lik koolbada 100 ml metanolda $0,416 \text{ qr} \pm 0,001$ civə tiosioniti $[\text{Hg}(\text{SCN})_2]$ həll edin. Qarışdırın və lazım gələrsə süzün.

Bu məhlul otaq temperaturunda qaranlıq qabda saxlanılırsa 3 ay etibarlıdır.

E.3.2 Dəmir nitrat məhlulu, $\rho = 202$ q/l.

100 ml-lik kolbada 50 ml suda $20,2 \text{ qr} \pm 0,1$ dəmir nitratı $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ həll edin.

Ehtiyatla $4,44 \pm 0,04$ ml konsentrat nitrat turşusu əlavə edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlulu otaq temperaturunda qaranlıq bir qabda saxlanılırsa 3 ay etibarlıdır.

E.3.3 Xromogen reaktiv, Cl.

75 ± 1 ml civə tiosionit məhlulu və $75 \text{ ml} (\pm 1)$ dəmir nitrat məhlulu 500 ml-lik kolbaya əlavə edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun və qarışdırın.

Bu məhlul otaq temperaturunda qaranlıq bir qabda 3 ay etibarlıdır.

E.3.4 Xlorodon əsas standart kalibrləməsi , $\rho = 50$ g/l.

Natrium xloridi [NaCl] 4 saat $105 \pm 5^\circ\text{C}$ temperaturda qurudun. Bir quruducuda 45 dəqiqə soyudun və $41,21 \pm 0,01$ qr 500 ml-lik kolbaya təxminən 350 ml suda həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

E.3.5 Xlorodin əsas nəzarət standartı , $\rho = 15$ g/l.

Əsas kalibrləmə standartı kimi istifadə olunan standartdan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, kalium xlorid [KCl] başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

$105 \pm 5^\circ\text{C}$ temperaturda ən az 2 saat qurudun. Quruducuda ən az 45 dəqiqə soyudun və $31,54 \pm 0,01$ qr 1 l-lik kolbada təxminən 250 ml suda həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

E.4 Metodika

E.4.1 Kalibrləmə

Kalibrləmə əyrisi ümumiyyətlə ikinci dərəcəli olur.

E.4.2 Analiz

İnkubasiya temperaturu 20°C ilə 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulu hazırlayın:

- 6 hissə xromogen reagent, CL həcminə görə (E.3.3). Cl xromogen reaktivini əlavə etdikdən sonra inkubasiya müddəti ən az 240 s -dir;

- həcm üzrə nümunənin maksimum 1 hissəsi. Reaktivə nümunə əlavə edildikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 180 s -dir.

Son inkubasiyadan sonra absorbansı 480 nm -də ölçün.

QEYD Bu üsul üçün tipik bir kalibrləmə diapazonu 5 mq/l Cl -dən 400 mq/l Cl -ə qədərdir.

Əlavə F (normativ)

Ortafosfatın təyini

F.1 Məqsəd

Fosfat turşu mühitdə molibdat və antimon kalium tartrat ilə reaksiya verir. Bu şəkildə meydana gələn kompleks, askorbin turşusu ilə reduksiyaya uğrayaraq mavi rəngli bir birləşməyə çevrilir.

880 nm-dəki absorbans, ortofosfat tərkibinin bir ölçüsüdür.

QEYD Bu üsul ISO 6878 -də verilən eyni kimyaya əsaslanır. [4]

F.2 Əlavə təsirlər

Arsenat ortofosfata bənzər bir rəng verir. Bu əlavə təsir arsenatı arsenitə endirməklə aradan qaldırıla bilər. Yüksək konsentrasiyalarda silikat (> 5 mq/l), sulfid (> 2 mq/l), nitrit (> 3 mq/l), xrom, dəmir və mis (> 10 mq/l) də əlavə təsirlərə səbəb ola bilər. Nümunələrdə bu əlavə təsirlər edicilərdən hər hansı birinin olduğuna şübhə varsa, analizdən əvvəl təsirin böyüklüyü qiymətləndirilməlidir.

F.3 Reaktivlər

F.3.1 Ammonium molibdat məhlulu, $\rho = 40$ q/l.

100 ml-lik kolbada 100 ml suda $4,0 \pm 0,1$ qr ammonium molibdat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ həll edin.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda polietilen qabda saxlanıldıqda 1 ay etibarlıdır.

F.3.2 Kalium antimon tartrat məhlulu, $\rho = 3,2$ q/l.

50 ml-lik kolbada 50 ml suda $0,16 \pm 0,01$ qr kalium antimon (III) oksid tartrat trihidrat $[\text{C}_8\text{H}_4\text{K}_2\text{O}_{12}\text{Sb}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ həll edin.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda polietilen qabda saxlanıldıqda 2 ay etibarlıdır.

F.3.3 Kükürd turşusu məhlulu, ρ (H_2SO_4) təxminən 250 q/l.

Ehtiyatla 70 ± 2 ml konsentratlaşdırılmış sulfat turşusu $[\text{H}_2\text{SO}_4]$ 500 ml-lik bir kolbada 400 ml suya əlavə edin və təxminən 500 ml -ə qədər doldurun.

Bu məhlul otaq temperaturunda saxlanıldıqda 1 il etibarlıdır.

F.3.4 Askorbin turşusu məhlulu, $\rho = 18$ q/l.

250 ml-lik kolbada 250 ml suda $4,5 \pm 0,1$ g askorbin turşusu [$C_6H_8O_6$] həll edin.

Bu məhlul $2^\circ C$ ilə $8^\circ C$ arası temperaturda polietilen qabda saxlanıldıqda 1 həftə etibarlıdır.

F.3.5 Molibdat-tartrat reaktivi.

Polietilen qab içərisində 250 ml sulfat turşusu məhluluna (F.3.3) 75 ml ammonium molibdat məhlulu (F.3.1) əlavə edin. Sonra 25 ml kalium antimon tartrat məhlulu əlavə edin (F.3.2).

Bu məhlul soyuducuda polietilen qabda saxlanıldıqda 2 ay etibarlıdır.

F.3.6 Xromogen reaktivi, PO_4^{3-} .

Reaktiv konteynerində $14 \pm 0,5$ ml molibdat-tartrat reaktivini (F.3.5) $6 \pm 0,2$ ml askorbin turşusu məhlulu (F.3.4) ilə qarışdırın.

Məhlulu istifadə edəcəyiniz gün hazırlayın.

F.3.7 Fosfatın əsas standart kalibrənməsi, $\rho (P) = 100$ mg/l.

Kalium dihidrogen fosfatı [KH_2PO_4] 2 saat $105 (\pm 5)^\circ C$ temperaturda qurudun. Bir quruducuda 45 dəqiqə soyudun və $0,439 \pm 0,001$ qr 1-lik kolbada təxminən 750 ml suda həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul $2^\circ C$ ilə $8^\circ C$ arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

F.3.8 Fosfatın əsas nəzarət standartı, $\rho (P) = 30$ mg/l.

Əsas kalibrənmə standartı üçün istifadə olunan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, disodium hidrogen fosfat [Na_2HPO_4], başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

Disodyum hidrogen fosfatı 2 saat $105 \pm 5^\circ C$ temperaturda qurudun. Bir quruducuda 45 dəqiqə sərinləyin və $0,1375 \pm 0,0002$ qr 1 lik kolbada təxminən 750 ml suda həll edin. İşarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul $2^\circ C$ ilə $8^\circ C$ arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

F.4 Metodika**F.4.1 Nümunənin əvvəlcədən hazırlanması**

Ümumi fosfat tərkibinin təyin edilməsi üçün nümunələr əvvəlcə uyğun bir üsulla həll edilməlidir.

Qeyd ISO 6878 [4] həll edilmə üçün istifadə edilə bilər.

F.4.2 Kalibrənmə

Kalibrənmə əyrisi ümumiyyətlə birinci dərəcəli olur.

F.4.3 Analiz

İnkubasiya temperaturu 30°C ilə 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulu hazırlayın:

- 6 hissə nümunə;

- 1 hissə xromogen reaktiv, 6 hissə nümunə həcminə görə PO₄ (F.3.6). məhlulu hər əlavə etmədən sonra qarışdırın. PO₄ xromogen reagentini əlavə etdikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 540 s -dir.

İnkubasiyadan sonra absorbansı 880 nm -də ölçün.

QEYD 1 Nümunə ilə reaktiv arasındakı nisbət sabit saxlanılmalıdır, yoxsa sondakı pH dəyəri səhv olacaq. Bu həssaslığın itirilməsi ilə nəticələnəcək.

Qeyd 2 Absorbans 660 nm -də daha aşağı həssaslıqla da ölçülə bilər.

Qeyd 3 Bu üsul üçün tipik bir kalibrəmə diapazonu 0,01 mg/l P ilə 1,00 mg/l P arasındadır.

Qeyd 4 Özünəxas rəng üçün uyğun bir kompensasiya məhlulu su ilə 1:1 nisbətində azaldılmış kükürd turşusu məhluludur (F.3.3). Əlavə A -ya da baxın.

Əlavə G (normativ)

Sulfatın turbidimetrik üsulla təyini

G.1 Məqsəd

Sulfat, turş mühitdə barium xlorid ilə çöküntü əmələ gətirir. Məhlulun bulanıqlığı 540 nm -də ölçülür və sulfat tərkibinin ölçüsüdür.

G.2 Əlavə təsirlər

Yüksək konsentrasiyaya malik karbonat, hidrogen karbonat və xlorid nəticələrə əlavə təsir göstərə bilər.

Silisium dioksidin > 500 mq/l konsentrasiyasında nəticələrə əlavə təsir edəcəkdir. Çox rəngli və/və ya bulanıq nümunələrdə də fərqlər yarana bilər. Nümunələrdə bu əlavə təsirlər edicilərdən hər hansı birinin olduğuna şübhə varsa, analizdən əvvəl təsirin böyüklüyü qiymətləndirilməlidir.

G.3 Reaktivlər

G.3.1 Turbidimetrik reaktiv.

Bir stəkanda təxminən 0,125 qr jelatini isti suda (təxminən 80°C) həll edin və ən azı 1 saat qarışdırın. Soyudun və 500 ml-lik ölçülü kolbaya tökün. $5,0 \pm 0,1$ qr barium xlorid [$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] və $5,0 \pm 0,1$ qr natrium xlorid [NaCl] əlavə edin. Sonra ehtiyatla $2,5 \pm 0,1$ ml konsentratlı xlorid turşusu əlavə edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 1 həftə etibarlıdır.

G.3.2 Sulfatın əsas standart kalibrləməsi , $\rho = 2000$ mg/l.

Sodyum sulfatı [Na_2SO_4] 2 saat $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ temperaturda qurudun. $2,957 \pm 0,001$ qr 1 l-lik kolbaya təxminən 250 ml suda həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

G.3.3 Sulfatın əsas nəzarət standartı , $\rho = 150$ mq/l.

Əsas kalibrləmə standartı üçün istifadə olunan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, ammonium sulfat $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

Ammonium sulfatı 2 saat $105 \pm 5^\circ\text{C}$ temperaturda qurudun. $0,2063 \pm 0,0002$ qr 1 l-lik kolbada təxminən 250 ml suda həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 3 ay etibarlıdır.

G.4 Metodika

G.4.1 Kalibrləmə

Kalibrləmə əyrisi ümumiyyətlə ikinci dərəcəli olur.

G.4.2 Analiz

İnkubasiya temperaturu 20°C ilə 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulu hazırlayın:

- həcm üzrə nümunənin maksimum 1 hissəsi;

- 1 hissə həcmində ilə turbidimetrik reaktiv (G.3.1). Hər əlavədən sonra məhlulu qarışdırın. Turbidimetrik reaktiv əlavə edildikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 240 s -dir.

İnkubasiyadan sonra 540 nm -də udma qabiliyyətini ölçərək ölçmə məhlulunun bulanıqlığını təyin edin.

Qeyd 1 Turbidimetrik ölçmə üçün fərqli dalğa uzunluqlarından istifadə edilə bilər.

Qeyd 2 Bu üsul üçün tipik bir kalibrləmə diapazonu 5 mq/l SO_4 ilə 200 mq/l SO_4 arasındadır.

Qeyd 3 Nümunənin rəngi problemlidirsə, fərqli dalğa uzunluğundan istifadə edilə bilər. Alternativ olaraq, turbidimetrik reaktiv əvəzinə su (5.1) ilə 1:1 nisbətində qarışdırıldıqdan sonra nümunənin absorbansını ölçməklə rəng düzəldilə bilər. Bu dəyər, turbidimetrik reaktivlə əldə edilən kəmiyyətdən çıxılır.

Əlavə H (normativ)

Silikatın təyini

H.1 Məqsəd

Molibdat, turş mühitdə sadə silikatlarla sarı silikat molibdat kompleksi əmələ gətirir. Askorbin turşusu ilə reduksiya edilərək mavi silikat molibdat kompleksi əmələ gəlir. Oksalin turşusu fosfatın əlavə təsirinin qarşısını almaq üçün əlavə olunur. 810 nm-dəki absorbans silikat tərkibinin bir ölçüsüdür. 810 nm-lik filtr yoxdursa, 820 nm və ya 880 nm filtrlyərdən istifadə etməyə icazə verilir.

QEYD: Bu üsulla polimerik silikat növlərinin yalnız bir hissəsi bərpa olunur. Nəticələr molibdat-reaktiv silikat kimi bildirilməlidir. Bütün silikat formalarının bərpası tələb olunarsa, alternativ bir metoddan istifadə etmək məqsədəuyğun ola bilər.

H.2 Əlavə təsirlər

Fosfat eyni zamanda molibdatlı rəngli bir birləşmə meydana gətirdirindən həll olunmaya mane olur.

Bu əlavə təsiri oksalin turşusu əlavə etməklə aradan qaldırılır. Yüksək miqdarda arsen, sulfid və dəmir konsentrasiyaları da əlavə təsirlərlə nəticələnə bilər. Nümunələrdə bu əlavə təsirlər edicilərdən hər hansı birinin olduğuna şübhə varsa, analizdən əvvəl təsirin böyüklüyü qiymətləndirilməlidir.

H.3 Reaktivlər

H.3.1 Sulfat turşusu məhlulu, c (H_2SO_4) təxminən 0,05 mol/l.

1 litrlik bir kolbaya 1 l suya diqqətlə $2,8 \pm 0,1$ ml qatı sulfat turşusu [H_2SO_4] əlavə edin.

Bu məhlul otaq temperaturunda saxlanıldıqda 6 ay etibarlıdır

H.3.2 Ammonium molibdat məhlulu, $\rho = 10$ q/l.

250 ml-lik kolbada 250 ml 0,05 mol/l sulfat turşusunda (H.3.1) $2,5 \pm 0,1$ qr ammonium molibdat [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$] həll edin.

Bu məhlul polietilen qabda 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 2 ay etibarlıdır.

H.3.3 Oksalin turşusu məhlulu, $\rho = 50$ q/l.

250 ml-lik kolbada 250 ml suda $12,5 \pm 0,2$ oksalin turşusu [$C_2H_2O_4$] həll edin.

Bu məhlul polietilen qabda 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 2 ay etibarlıdır.

H.3.4 Askorbin turşusu məhlulu, $\rho = 18$ q/l.

250 ml-lik kolbada 250 ml suda $4,5 \pm 0,1$ qr askorbin turşusu [$C_6H_8O_6$] həll edin.

Bu məhlul polietilen qabda 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 1 həftə etibarlıdır.

H.3.5 Silikatın əsas standart kalibrləməsi, ρ (Si) = 120 mq/l.

Natrium heksaflorosilikatı [Na_2SiF_6] 2 saat $105 \pm 5^\circ C$ temperaturda qurudun. Təxminən 250 ml suda $0,804 \pm 0,001$ qr natrium heksaflorosilikatı 1 l-lik kolbada həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul polietilen qabda 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 6 aya qədər etibarlıdır.

H.3.6 Silikatın əsas nəzarət standartı, ρ (Si) = 76,3 mg/l.

Əsas kalibrləmə standartı kimi istifadə olunan standartdan fərqli bir başlanğıc materialdan istifadə edərək nəzarət standartını hazırlayın.

Məsələn, kalium hexafluorosilikat [K_2SiF_6], başlanğıc material kimi istifadə edilə bilər.

Kalium heksaflorosilikatı 2 saat $105 \pm 5^\circ C$ temperaturda qurudun. $0,598 \pm 0,001$ qr 1 l-lik kolbada təxminən 250 ml suda həll edin və işarəyə qədər su ilə doldurun.

Bu məhlul polietilen qabda 2°C ilə 8°C arası temperaturda saxlanıldıqda 6 aya qədər etibarlıdır.

H.4 Metodika

H.4.1 Kalibrləmə

Kalibrləmə əyrisi ümumiyyətlə birinci dərəcəli olur.

H.4.2 Analiz

İnkubasiya temperaturu 20°C ilə 40°C arasındadır. Tipik olaraq aşağıdakılardan ibarət olan bir ölçü məhlulu hazırlayın:

- həcmərinə görə maksimum 4 hissə nümunə;
- 2 hissə həcmində ammonium molibdat məhlulu (H.3.2). Hər əlavədən sonra məhlulu qarışdırın. Ammonium molibdat məhlulu əlavə edildikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 180 s -dir;
- 1 ($\pm 0,2$) hissə həcmində oksalin turşusu məhlulu (H.3.3). Hər əlavətmədən sonra həllini qarışdırın. Oksalin turşusu məhlulu əlavə edildikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 200 s -dir;

- 1 ($\pm 0,2$) hissə həcmində askorbin turşusu məhlulu (H.3.4). Hər əlavədən sonra məhlulu qarışdırın. Askorbin turşusu əlavə edildikdən sonra tövsiyə olunan inkubasiya müddəti 500 s -dir.

Son inkubasiyadan sonra absorbansı 810 nm-də ölçün. 810 nm-lik filtr yoxdursa, 820 nm və ya 880 nm filtrlərdən istifadə etməyə icazə verilir.

QEYD Bu üsul üçün tipik kalibrəmə aralığı 0,05 mq/l Si ilə 6,00 mq mq/l Si arasındadır.

Əlavə I (məlumat xarakterli)

Məlumatın etibarlılığı

2012 -ci ilin noyabr/dekabr aylarında Almaniyadakı IWW Su Mərkəzi tərəfindən laboratoriyalar arası sınaq sınağı təşkil edildi. Belçikada 5, Çexiyada 1, Fransada 1, Almaniyada 17, İngiltərədə 7, Macarıstanda 9 və Hollandiyada 8 olmaqla cəmi 48 laboratoriya bu sınaqda iştirak etdilər. Nəticələr Cədvəl I.1-də verilmişdir. Bu nəticələr bütün cihazlar və ya nümunə məhlullar üçün reprezentativ olmaya bilər.

QEYD Total Kjeldahl azotu (Əlavə B -yə baxın) və ümumi fosfat (Əlavə F -ə baxın) laboratoriyalararası qiymətləndirmə sınağına daxil edilməmişdir, və bu iki parametr üçün ISO 15923-ün bu hissəsi dəqiqlik və baş verə biləcək xəta haqqında heç məlumat vermir.

Xarakterik qiymətlər (X) iki ekspert laboratoriyasındakı ölçülərdən əldə edilmişdir. Sınaqda iştirak edən parametrləri analiz etmək üçün müstəqil standart metodlardan istifadə edilmişdir. İon xromatoqrafiyası xlorid, nitrat və sulfat üçün istifadə edilmişdir. Toplu fotometriya ammonium, nitrit və fosfat üçün istifadə edilmişdir. Nəhayət, silikatın təyin edilməsi üçün ICP-OES istifadə edilmişdir. ISO 5725-2 standartına uyğun olaraq qiymətləndirilən nəticələrin statistik məlumatları aşağıda verilmişdir.

Nümunələrin mənşəyi:

<u>Nümunə A:</u>	İçməli su (Əhalinin Su Təchizatı, Almaniya)
<u>Nümunə B:</u>	Membrandan süzölmüş səth suyu; (filtrlərin məsamələrinin ölçüsü 0,45 μm) (Ruhr çayı, Muelheim yaxınlığında, Almaniya)
<u>Nümunə C:</u>	Bələdiyyə Tullantı Suları, süzölmüş, pasterizə olunmuşdur (Hessiya, Almaniya)
<u>Nümunə D:</u>	Mineral tikinti tullantılarının eluatı, süzölmüş

(Düsseldorf, Almaniya)

Sample	Məhlul	Parametrlər	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i>	<i>X</i>	\bar{x}	η	S_R	$C_{V,R}$	S_r	$C_{V,r}$
					%	mg/l	mg/l	%	mg/l	%	mg/l	%
A	İçməli su	Ammonyak(N)	40	156	7,7	0,26	0,25	96,8	0,025	10,1	0,009	3,7
		Xlorid (CL)	40	157	7,1	59,7	62,1	104	2,29	3,7	0,948	1,5
		Nitrat (N)	40	159	4,8	6,20	6,50	105	0,379	5,8	0,148	2,3
		Nitrit (N)	40	159	9,1	0,040	0,037	95,8	0,003	7,8	0,002	3,8
		Ortofosfat (P)	35	135	2,9	0,34	0,32	96,4	0,017	5,2	0,009	2,8
		Silikat (Si)	13	48	0,0	2,59	2,48	95,6	0,387	15,6	0,052	2,1
		Sulfat (SO ₄)	34	133	10,7	43,0	46,3	108	2,60	5,6	0,652	1,4
B	Səth suyu	Ammonyak(N)	38	151	13,2	0,72	0,69	95,8	0,033	4,7	0,012	1,8
		Xlorid (CL)	39	153	9,5	72,8	75,1	103	2,77	3,7	1,02	1,4
		Nitrat (N)	41	163	2,4	10,7	10,7	100	0,569	5,3	0,227	2,1
		Nitrit (N)	35	140	18,1	0,088	0,085	97,2	0,003	3,4	0,002	1,8
		Ortofosfat (P)	36	139	2,8	0,18	0,17	97,6	0,013	7,8	0,007	4,0
		Silikat (Si)	13	48	0,0	2,17	2,07	95,3	0,334	16,1	0,054	2,6
		Sulfat (SO ₄)	35	137	8,7	45,5	48,2	106	2,64	5,5	0,675	1,4
C	Tullantı suyu	Ammonyak(N)	34	132	17,0	0,12	0,10	87,2	0,023	23,0	0,007	6,8
		Xlorid (CL)	36	143	8,9	428	440	103	16,5	3,7	6,88	1,6
		Nitrat (N)	34	134	10,7	4,13	3,92	94,9	0,264	6,7	0,110	2,8
		Nitrit (N)	33	132	19,0	0,06	0,05	91,3	0,003	5,4	0,001	1,6
		Ortofosfat (P)	31	119	10,5	0,39	0,39	100	0,022	5,7	0,011	2,8
		Silikat (Si)	11	40	0,0	8,46	8,39	99,2	1,46	17,4	0,099	1,2
		Sulfat (SO ₄)	34	133	2,9	65,3	66,5	102	3,32	5,0	1,01	1,5
D	Eluat	Ammonyak(N)	39	154	9,4	0,42	0,38	90,7	0,024	6,4	0,016	4,1
		Xlorid (CL)	39	153	7,3	17,2	18,5	108	1,42	7,7	0,503	2,7
		Nitrat (N)	36	144	11,7	35,9	36,4	101	1,22	3,3	0,640	1,8
		Nitrit (N)	37	147	14,0	0,2	0,20	94,0	0,007	3,4	0,003	1,4
		Ortofosfat (P)	33	127	8,6	0,09	0,09	95,9	0,012	13,2	0,007	7,2
		Silikat (Si)	11	38	9,5	18,7	15,8	84,9	2,88	18,2	0,134	0,8
		Sulfat (SO ₄)	35	137	5,5	40,0	43,5	109	2,74	6,3	0,777	1,8

l	Kənar dəyərlər çıxarıldıqdan sonra laboratoriya sayı
n	Kənar dəyərlər çıxarıldıqdan sonra fərdi test nəticələrinin sayı
o	Kənar dəyərlərin faizi
X	İstinad dəyərləri
$=$	
\bar{x}	Ümumi nəticələrin ortalaması (kənar dəyərlər olmadan)
η	Bərpa dərəcəsi
S_R	Orta kvadratik meyletmənin məhsuldarlığı
$C_{V,R}$	Variasiya əmsalının məhsuldarlığı
S_r	Orta kvadratik meyletmənin təkrarlanması
$C_{V,r}$	Variasiya əmsalının təkrarlanması

Ədəbiyyat

- [1] ISO 5663, *Suyun keyfiyyəti - Kjeldahl azotunun təyini - Selen ilə minerallaşma sonrası üsul*
- [2] ISO 5725-2, *Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (doğruluğu və dəqiqliyi) - 2-ci hissə: Standart ölçmə metodunun təkrarlanmasının və məhsuldarlığının müəyyən edilməsi üçün əsas metod*
- [3] ISO 6777, *Suyun keyfiyyəti - Nitritin təyin edilməsi - Molekulyar absorbsiya spektrometrik metodu*
- [4] ISO 6878, *Suyun keyfiyyəti - Fosforun təyini - Ammonium molibdat spektrometrik metodu*
- [5] ISO 7150-1, *Su keyfiyyəti - Ammoniumun təyini-1-ci hissə: Manual spektrometrik metod*
- [6] ISO 13395, *Suyun keyfiyyəti - Nitrit azotunun və nitrat azotunun təyin edilməsi və həm cərəyan analizi (CFA və FIA), həm də spektrometrik aşkarlama yolu ilə*
- [7] ISO 15682, *Suyun keyfiyyəti - Axın analizi (CFA və FIA) və fotometrik və ya potensiometrik aşkarlama ilə xlorun təyini*

LAYIHƏ