

Beynəlxalq Standart İSO 6777

STANDARTLAŞDIRMA ÜZRƏ BEYNƏLXALQ TƏŞKİLAT

Suyun keyfiyyəti - Nitritin təyin edilməsi - Molekulyar absorbsiya spektrometrik üsulu

Birinci nəşr – 1984-08-01

LAYIHƏ

Ön söz

Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı (ISO), milli standartlar orqanlarının qlobal bir federasiyasıdır (ISO üzv orqanları). Beynəlxalq Standartların hazırlanması işi ISO texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitənin səlahiyyət verdiyi bir mövzu ilə maraqlanan hər hansı bir üzv təşkilat, bu komitədə təmsil olunmaq hüququna malikdir. Beynəlxalq təşkilatlar, ISO ilə əlaqəli olan dövlət və qeyri-hökumət təşkilatları da bu işdə iştirak edirlər.

Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilən Beynəlxalq Standartların layihələri ISO Şurası tərəfindən Beynəlxalq Standartlar kimi qəbul edilməzdən əvvəl üzv təşkilatlara təsdiq üçün göndərilir.

ISO 6777 Beynəlxalq Standartı ISO/TC 147 Texniki Komitəsi, Su keyfiyyəti tərəfindən hazırlanmış və 1982-ci ilin dekabr ayında üzv təşkilatlara paylanmışdır.

Aşağıdakı ölkələrin üzv təşkilatları tərəfindən təsdiq edilmişdir:

Avstraliya	Macarıstan	Polşa
Avstriya	Hindistan	Rumıniya
Belçika	İran	Cənubi Afrika
Braziliya	İraq	İspaniya
Kanada	İtaliya	İsveç
Çexoslovakiya	Yaponiya	İsveçrə
Danimarka	Koreya	Tayland
Misir, Ərəb Respublikası	Meksika	Birləşmiş Krallıq
Çin	Niderland	SSRİ
Fransa	Yeni Zelandiya	
Almaniya	Norveç	

Üzv təşkilatlardan heç biri sənədin qəbul edilmədiyini beyan etmədi.

Suyun keyfiyyəti - Nitritin təyin edilməsi - Molekulyar absorpsiya spektrometrik üsulu

1 Əhatə dairəsi

Bu Beynəlxalq Standart içməli, çiy və çirkab sulara nitritin təyin edilməsi üçün molekulyar udma qabiliyyətinin spektrometrik metodunu müəyyən edir.

2 Tətbiq sahəsi

2.1 Aralıq

Test hissəsinin maksimum həcmi (40 ml) istifadə edildikdə 0,25 mq/l -ə qədər nitrit azot konsentrasiyası Q_n təyin edilə bilər.

2.2 Aşkarlanma həddi ¹⁾

Optik yol uzunluğu 40 mm olan və 40 ml -lik bir test bölməsi olan hüceyrələrdən istifadə edərək, aşkarlama həddinin Q_n = 0,001 ilə 0,002 mq/l diapazonda olduğu müəyyən edildi.

2.3 Həssaslıq ¹⁾

40 ml test hissəsi və optik yol uzunluğu 40 mm olan bir hüceyrə istifadə edərək, Q_n = 0,062 q/l təxminən 0,66 ədəd udma qabiliyyəti verir.

40 ml test hissəsi və optik yol uzunluğu 10 mm olan bir hüceyrə istifadə edərək, Q_n = 0,25 q/l təxminən 0,67 ədəd udma qabiliyyəti verir.

2.4 Maneələr

Nümunənin qələviliyi yüksək olarsa, bəzi maneələrlə qarşılaşa bilərsiniz (9-cu bəndə bax).

Su nümunələrində tez -tez rast gəlinən bir sıra maddələr mümkün maneə üçün sınaqdan keçirilmişdir. Tam təfərrüatlar əlavədə verilmişdir. Test edilən maddələrdən yalnız xloramin, xlor, tiosulfat, natrium polifosfat və dəmir əhəmiyyətli dərəcədə qarşılıqlı təsir göstərir.

3 Prinsip

4-aminobenzen sülfonamid reagenti ilə ortofosfat turşusunun, pH 1,9-da N-(1-naftil)-1,2-diaminoetan dihidroklorid ilə çəhrayı rəng əmələ gətirən diazonium duzu meydana gəlməsidir. Optiki sıxlıq ölçülməsi 540 nm dalğa uzunluğunda aparılır.

4 Reagentlər

Analiz zamanı yalnız qəbul edilmiş analitik dərəcəli reaktivlərdən və yalnız distillə edilmiş sudan və ya ekvivalent saflıqda su istifadə edin.

4.1 Ortofosfat turşusu, 15 mol/l məhlul, ($Q = 1,70$ q/ml)

4.2 Ortofosfat turşusu, 1.5 mol/l məhlul

Bir pipet istifadə edərək 150 ± 25 ml suya 25 ml ortofosfat turşusu (4,1) əlavə edin. qarışdırın və otaq temperaturuna qədər soyudun. Məhlulu 250 ml ölçülü bir ölçmə qabına köçürün və işarəyə qədər su ilə durulaşdırın.

Qəhvəyi-(kəhrəba) şüşə qabda saxlayın. Məhlul ən az 6 ay müddətinə davamlıdır.

4.3 Rəngli reagent

XƏBƏRDARLIQ-bu reaktiv təhlükəlidir. dəri ilə təmas, onun və ya tərkibindəki maddələrin qəbulundan çəkinmək lazımdır.

40.0+0.5 q 4-aminobenzensulfonamidi ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) ilə 100 ± 1 ml ortofosfat turşusunu (4.1) və 500 ± 50 ml su qarışığında bir stəkanda həll edin. Yaranan məhlulda $2,00 \pm 0,02$ q *N*-(1-naftil)-1,2-diaminoetan dihidroqloridi ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2\text{-2HCl}$) həll edin. 1000 ml ölçülü bir ölçmə qabına köçürün və işarəyə qədər su ilə durulaşdırın, yaxşı qarışdırın.

Kəhrəba rəngli bir şüşə qabda saxlayın. Məhlul 2 ilə 5° C arasında saxlanılırsa 1 ay davamlıdır.

4.4 Nitrit, standart həll, $Q_N = 100$ mq/l

Təxminən 750 ml suda $0,492 2 \pm 0,0002$ q natrium nitriti (105° C -də ən azı 2 saat qurudulur) həll edin. kəmiyyət olaraq 1000 ml ölçmə qabına köçürün və işarəyə qədər su ilə durulaşdırın.

Tıxaclı kəhrəba şüşədə 2 ilə 5° C arasında saxlayın. bu məhlul ən az 1 ay davamlıdır. (10-cu bəndə baxın.)

4.5 Nitrit, standart həll, $Q_N = 1,00$ mq/l

Bir pipet vasitəsi ilə 10 ml standart nitrit məhlulunu (4.4) 1000 ml-lik tək ölçülü bir qaba köçürün və işarəyə qədər su ilə durulaşdırın.

Bu məhlulu hər gün lazım olduğu kimi hazırlayın və istifadə etdikdən sonra atın.

5 Avadanlıqlar

Bütün şüşə qablar təxminən 2 mol/l xlorid turşusu ilə diqqətlə təmizlənməli və sonra su ilə yaxşıca yuyulmalıdır.

Adi laboratoriya avadanlığı və

Optik yol uzunluğu 10 ilə 50 nm arasında olan hüceyrələr ilə 540 nm dalğa uzunluğunda ölçmələr üçün uyğun olan **spektrometr**.

6 Nümunə götürmə və nümunələr

Laboratoriya nümunələri şüşə qablarda toplanmalı və toplandıqdan sonra 24 saat ərzində ən qısa müddətdə təhlil edilməlidir. Nümunələrin 2 ilə 5 ° C arasında saxlanması bir çox nümunə növünü qoruya bilər, lakin bu təsdiqlənməlidir.

7 Üsul

7.1 Test hissəsi

Test hissəsinin maksimum həcmi 40 ml –dir. Bu $Q_N = 0.25$ mg/l -ə qədər olan nitrit konsentrasiyalarının təyin edilməsi üçün uyğundur. Daha yüksək nitrit konsentrasiyalarını təmin etmək üçün müvafiq olaraq kiçik test hissələri istifadə edilə bilər. Laboratoriya nümunəsində asılı maddələr varsa, bunun həllinə icazə verilməli və ya nümunə sınaq hissəsini götürməzdən əvvəl şüşə lifli kağızdan süzülməlidir.

7.2 Analizin gedişi

Bir pipet vasitəsi ilə, seçilmiş həcmdəki test hissəsini 50 ml ölçülü bir ölçmə qabına köçürün və lazım olduqda 40 ± 2 ml su ilə durulaşdırın.

QEYD-Reaksiya üçün düzgün pH əldə edildiyindən əmin olmaq üçün həcmi 40 ± 2 ml-ə tənzimləmək həmişə vacibdir.

Bir pipet vasitəsi ilə 1.0 ml rəngli reaktiv əlavə edin (4.3). Dərhal fırladaraq qarışdırın və işarəyə qədər su ilə

durulaşdırın. Qarışdırın və dayanmasını gözləyin. Bu mərhələdə pH $1,9 \pm 0,1$ olmalıdır. (9-cu bəndə baxın.)

Reaktivin əlavə edilməsindən ən az 20 dəqiqə sonra, istinad mayesi olaraq su istifadə edərək, uyğun optik yol uzunluğuna malik bir hüceyrədə, maksimum udma qabiliyyətinin dalğa uzunluğunda təxminən 540 nm olan məhlulun udma qabiliyyətini ölçün.

QEYD - Maksimum udma qabiliyyətinin dalğa uzunluğu, bu metod ilk dəfə istifadə edildikdə yoxlanılmalı və sonrakı bütün təyinatlarda istifadə edilməlidir.

7.3 Rəng korreksiyası

Test hissəsinin rəngi udma qabiliyyətinin ölçülməsinə mane ola biləcək dərəcədədirsə, 7.2 -də göstərilədiyi kimi təkrar test hissəsini işləyin, lakin rəng reagentini (4.3) 1,0 ml ortofosfat turşusu (4.2) məhlulu ilə əvəz edin.

7.4 Boş test-blank

7.2 -də göstərilədiyi kimi davam edərək boş bir test aparın, ancaq test hissəsini 40 ± 2 ml su ilə əvəz edin.

7.5 Kalibrəmə cədvəlinin hazırlanması

Standart bir nitrit məhlulunun (4.5) həcmələrini cədvəl 1-də göstərilədiyi kimi bir şüşə boru vasitəsilə 50 ml-lik doqquz ədəd bir işarəli ölçmə qabına paylayın.

40 ± 2 ml həcmi əldə etmək üçün hər bir flakonun içindəkiləri su ilə durulaşdırın və 7.2-ci bənddə təsvir edildiyi kimi ikinci paraqraftan sona qədər cədvəl 1-də göstərilən optik yol uzunluğu olan hüceyrələrdən istifadə edin.

Digər standart həllər üçün əldə edilən udma qabiliyyətlərindən sıfır müddətinin udulmasını çıxarın və hər bir optik yol

uzunluğu üçün nitrit kütləsinə qarşı bir udma qabiliyyəti planı qurun.

8 Nəticələrin ifadəsi

8.1 Hesablama üsulu

Test məhlulunun düzgün udma qabiliyyəti, A_r tənliyi ilə verilir

$$A_r = A_s - A_b$$

və ya, rəng üçün düzəliş edilmişsə, tənlik vasitəsilə

$$A_r = A_s - A_b - A_c$$

burada

A_s - həll olunan maddənin optiki sıxlığı;

A_b - boş test həllinin optiki sıxlığı;

A_c - rəng korreksiyası üçün hazırlanan məhlulun optiki sıxlığı.

QEYD – Müəyyən bir nümunə üçün eyni optik yol uzunluğuna malik hüceyrələrdə A_s , A_b və A_c dəyərlərinin ölçülməsi vacibdir.

Düzəldilmiş optiki sıxlıqdan A_r , hüceyrənin uyğun optik yol uzunluğu üçün kalibrəmə əyrisindən (7.5) uyğun mikrogramlarla azot , nitrit kütləsini təyin edin.

mq/l azot olaraq ifadə edilən nitrit miqdarı aşağıdakı düsturla verilir:

$$\frac{m_N}{V}$$

burada

m_N - düzəldilmiş udma qabiliyyətinə uyğun nitrit azotunun mikrogramlarla kütləsidir (A_r);

V - test hissəsinin millilitrə ölçüsüdür.

Nəticələr kütləvi konsentrasiyası kimi azot Q_N və ya nitritin Q_{NO_2} mq/l-lə, konsentrasiya miqdarı kimi isə nitrit

ionu $c(\text{NO}_2^-)$ $\mu\text{mol/l}$ olaraq ifadə edilə bilər. Uyğun çevirmə faktorları Cədvəl 2

-də verilmişdir.

Cədvəl 2

	Q_N	Q_{NO_2}	$c(\text{NO}_2)$
	mq/l	mq/l	$\mu\text{mol/l}$
$Q_N = 1 \text{ mq/l}$	1	3,29	71,4
$Q_{\text{NO}_2} = 1 \text{ mq/l}$	0,304	1	21,7
$c(\text{NO}_2) = 1 \mu\text{mol/l}$	0,014	0,046	1

Nümunə:

1 mq/l azot konsentrasiyası 3.29 mq/l nitrit konsentrasiyasına uyğundur.

8.2 Dəqiqlik

Təkrarlanma və təkrar istehsal standart yayınmaları Cədvəl 3-də göstərilədiyi kimi müəyyən edilmişdir.

Cədvəl 1

Standart nitrit məhlulunun həcmi (4.5)	Nitrit azot kütləsi, m_N	Hüceyrənin optik yol uzunluğu
ml	μq	Mm
0.00	0.00	10 və 40*
0.50	0.50	40
1.00	1.00	10 və 40
1.50	1.50	40
2.00	2.00	40
2.50	2.50	10 və 40
5.00	5.00	10
7.50	7.50	10
10.00	10.00	10

* 50 mm hüceyrələr də istifadə edilə bilər

İSO 6777-1984 (E)

Cədvəl 3*

Nümunə	Nitrit tərkibi, Q_N	Test hissəsinin həcmi	Hüceyrənin optik yol uzunluğu	Standart yayınma** (mq/l)	
	mq/l	ml	mm	Təkrarlanma	Təkrar istehsal
Standart həll	0.000	40	40	0.000 1 – 0.000 3	-
Standart həll	0.040	40	40	0.000 2 – 0.000 8	0.000 2 – 0.001 8
Standart həll	0.40	40	10	0.001 1 – 0.005 4	0.003 – 0.009
Standart həll	1.60	5	10	0.002 – 0.026	0.007 – 0.040
Standart tullantı	1.01	5	10	0.002 – 0.020	0.004 – 0.021
Dəniz suyu	0.20	40	10	0.000 3 – 0.002 6	0.001 – 0.004
Çay suyu	0.30	25	10	0.000 8 – 0.011 6	0.002 – 0.012

* Beş iştirakçının iştirak etdiyi İngiltərədəki laboratoriyalararası sınaqdan əldə edilən məlumatlar.

** Laboratoriyalararası praktikadan ən yüksək və ən aşağı dəyərlər. Bütün dəyərlər 14 dərəcə sərbəstliyə malikdir.

9 İstisnalar

Nümunə işlənməsindən 40 ml durulaşdırıldıqdan sonra pH 1.9 ± 0.1 olmasa, yüksək qələviliyi varsa, durulaşdırmadan əvvəl ortofosfat turşusu məhlulu (4.2) əlavə edilməlidir ki, göstərilən pH-a nail olunsun. Lakin metod, 40 ml-lik bir test nümunəsində ən az 300 mq/l olan hidrogen karbonat qələviliyinə müəyyən edilmiş pH-dan kənara çıxma davam gətirəcəkdir

10 Analizin gedişinə dair qeydlər

Standart nitrit məhlulları qeyri-stabil ola biləcəyi üçün istifadə olunan standart nitrit məhlulunun (4.4) konsentrasiyası aşağıdakı üsulla yoxlanıla bilər:

Bir pipet istifadə edərək, 250 ml həcmli konik bir qaba 50 ml 0.01 mol/l kalium permanganat standart məhlulundan $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/l}$ tökün. 10 ± 1 ml 2,5 mol/l sulfat turşusu məhlulu əlavə edin və yaxşıca qarışdırın. 50 ml-lik büreti (4.4) standart nitrit məhlulu ilə doldurun və aləti elə düzəldin ki, büretin ucu kolbada turşu permanganat məhlulunun səthinin altına düşsün. Rəngsizləşənə qədər son nöqtəyə titrləyin. Bitmə nöqtəsi yaxınlaşdıqca məhlulu təxminən 40°C -yə qədər qızdırın və permanganatın rəngi çıxana qədər titrləməyə yavaş-yavaş davam edin. Titrləmədə istifadə olunan standart nitrit məhlulunun həcmi qeyd edin.

50 ml $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/l}$ kalium permanganatın standart məhlulu, 3.502 mq N azota bərabərdir. Beləliklə,

standart nitrit məhlulu (4.4) üçün titrasiyada istifadə olunan həcm 35.02 ml olmalıdır. Standart nitrit məhlulun yalnız titrasiyada istifadə olunan həcmi 35.02+0.40 ml diapazonda olduqda uyğundur.

11 Test hesabatı

Test hesabatında aşağıdakı məlumatlar olacaqdır:

- a) bu Beynəlxalq Standarta istinaddır;
- b) nümunənin tam eyniləşdirilməsi üçün lazım olan bütün detallar;

- c) təhlildən əvvəl laboratoriya nümunəsinin saxlanması ilə bağlı təfərrüatlar;
- d) Bu metodu istifadə edərkən laboratoriya tərəfindən əldə edilən təkrarlanma ifadəsi;
- e) nəticələr və istifadə olunan ifadə üsulu;
- f) bu Beynəlxalq Standartda göstərilən prosedurdan hər hansı bir yayınma və ya nəticəyə təsir edə biləcək digər hallar haqqında təfərrüatlar.

Əlavə

Digər maddələrin nəticəyə təsiri

Maddə	İstifadə olunan duz	Maddə kütləsi* µq	Təyin edilməsinə təsir göstərir		
			m _N = 0 µq	m _N = 1.00 µq	m _N = 10.0 µq
Maqnezium	Asetat	1 000	0.00	0.00	-0.07
Kalium	Xlorid	100	0.00	0.00	-0.07
Kalium	Xlorid	1 000	0.00	- 0.03	-0.13
Natrium	Xlorid	100	0.00	0.00	-0.02
Natrium	Xlorid	1 000	0.00	- 0.01	-0.13
Hidrogen karbonat	Natrium	6 100 (HCO ₃)	0.00	+0.03	+0.01
Hidrogen karbonat	Natrium	12 200 (HCO ₃)	0.00	+0.03	+0.06
Nitrat	Kalium	1 000 (N)	0.00	0.00	-0.06
Ammonium	Xlorid	100 (N)	0.00	- 0.01	-0.03
Kadmium	Xlorid	100	0.00	- 0.03	-0.03
Sink	Asetat	100	0.00	- 0.04	0.00
Manqan	Xlorid	100	0.00	+ 0.04	-0.03
Dəmir (III)	Xlorid	10	0.00	+0.04	-0.03
Dəmir (III)	Xlorid	100	0.00	-0.06	-0.51
Mis	Asetat	100	- 0.06	-0.06	-0.07
Alüminium	Sulfat	100	0.00	0.00	-0.03
Silikat	Natrium	100 (SiO ₂)	0.00	0.00	-
Karbamid	-	100	0.00	+ 0.04	-0.09
Tiosulfat	Natrium	100 (S ₂ O ₃ ²⁻)	0.00	-0.03	-0.82
Tiosulfat	Natrium	1 000 (S ₂ O ₃ ²⁻)	0.00	0.00	-0.77
Xlor	-	2 (Cl ₂)	0.00	-0.22	-0.25
Xlor	-	20 (Cl ₂)	- 0.01	-1.01	-2.81
Xloramin	-	2 (Cl ₂)	-	-0.06	-0.07
Xloramin	-	20 (Cl ₂)	- 0.01	-0.30	-2.78
Hidroksilammonium xlorid		100	0.00	0.00	-0.01
Natrium polifosfat (heksametafosfat)		50	0.00	-0.03	-0.82
natrium polifosfat (heksametafosfat)		500	0.00	-0.80	-8.10

*Test hissəsində mövcud olan maddə kütləsi. Kütlə mötərizə içərisində əksi verilmədiyi təqdirdə element və ya birləşmə olaraq verilir.

**Heç bir müdaxilə olmadığı təqdirdə maksimum təsirlər aşağıdakı kimidir: 0.00 ± 0.02 µq;
1.00 ± 0.08 µq; 10.00 ± 0.1 µq (95 % 95 % etimad limiti).