
**Suyun keyfiyyəti — Fosforun müəyyən
edilməsi — Ammonium molibdat
spektrometrik üsulu**

*Qualité de l'eau — Dosage du phosphore — Méthode spectrométrique
au molybdate d'ammonium*

LAYLIP



**PDF-in imtina
etdiyi öhdəliklər**

Bu PDF fayl əlavə edilmiş yazı tipləri ehtiva edə bilər. "Adobe"-un lisenziya siyasətinə əsasən, bu fayl çap oluna və ya nəzərdən keçirilə bilər, lakin əlavə edilmiş yazı tipləri redaktənin həyata keçiriləcəyi kompüterdə icazə verilməyincə və ya quraşdırılmayınca redaktə edilə bilməz. Bu faylı yükləyərkən tərəflər "Adobe"-un lisenziya siyasətini pozmayacaqlarını qəbul edirlər. ISO Mərkəzi Katibliyi bu sahədə heç bir öhdəliyi qəbul etmir.

"Adobe" "Adobe Sistemləri İnkorporasiyası"-nın ticarət nişanıdır.

Bu PDF faylın hazırlanmasında istifadə olunan proqram təminatı məhsullarının təfərrüatlarını bu faylla bağlı Ümumi məlumat hissəsində əldə edə bilərsiniz; PDF-in hazırlanma parametrləri çap üçün optimallaşdırılmışdır. Bu faylın ISO üzv təşkilatları tərəfindən istifadə üçün uyğun olmasını təmin etmək üçün hər şey həyata keçirilib. Bununla bağlı hər hansı bir problem yarandıqda, zəhmət olmasa, aşağıda göstərilən ünvandakı Mərkəzi Katibliyə məlumat verin.

© ISO 2004

Bütün hüquqları qorunur. Əksi qeyd olunmadıqca, bu nəşrin heç bir hissəsi yenidən istehsal oluna və ya ISO-nun aşağıdakı ünvanının və ya ISO-nun müraciət edən ölkəsindəki üzv qurumunun yazılı icazəsi olmadan üzünü çıxarma və mikrofilm daxil olmaqla hər hansı elektron və ya mexaniki formada istifadə oluna bilməz.

ISO müəlliflik ofisi

Poçt kodu 56 • CH-1211 Cenevrə 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Faks + 41 22 749 09 47
Poçt ünvanı: copyright@iso.org
Veb səhifə: www.iso.org
İsveçrədə çap olunub

LAYIHƏ

Məzmun

Səhifə

Önsöz.....	iv
Giriş.....	v
1 Əhatə dairəsi.....	1
2 Mane olan amillər.....	1
3 Prinsip.....	1
4 Ortofosfatın müəyyən edilməsi.....	2
5 Həllədiçi ilə ekstraksiyadan sonra ortofosfatın müəyyən edilməsi	7
6 Hidrolizə ediləbilən fosfatın və ortofosfatın müəyyən edilməsi.....	9
7 Peroksodisulfat oksidləşməsindən sonra ümumi fosforun müəyyən edilməsi.....	11
8 Nitrat turşusu və kükürd turşunun parçalanmasından sonra ümumi fosforun müəyyən edilməsi.....	14
Əlavə A (məlumatlandırıcı) İstinadlar.....	17
Əlavə B (məlumatlandırıcı) Dəqiq məlumat.....	19
Bibliografiya	21

Önsöz

İSO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı) milli standart qurumlarının (İSO-nun üzv qurumlarının) dünya miqyaslı federasiyasıdır. Hazırlanan Beynəlxalq Standartların işi adətən İSO texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitəsi yaradılan hər hansı bir məsələdə maraqlı olan hər bir üzv qurumun bu komitədə təmsil olunmaq hüququ var. Beynəlxalq təşkilatlar, hökumət və İSO ilə əlaqəli olan qeyri-hökumət təşkilatları da bu işdə iştirak edir. İSO bütün elektrotexniki standartlaşdırma məsələləri ilə bağlı Beynəlxalq Elektrotexniki Kommissiya (IEC) ilə yaxından əməkdaşlıq edir.

Beynəlxalq Standartlar İSO/IEC göstərişlərinin ikinci hissəsində verilən qaydalara uyğun hazırlanır.

Texniki komitələrin əsas tapşırığı Beynəlxalq Standartları hazırlamaqdır. Texniki komitələr tərəfindən hazırlanan Beynəlxalq Standartlar layihələri səsvermə üçün üzv qurumlara təqdim edilir. Beynəlxalq Standartlar kimi nəşr üçün səs verən üzv qurumların ən azı 75%-nin təsdiqi tələb olunur.

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqları məsələsinin subyektivi ola biləcəyinin mümkünlüyü diqqətə çatdırılır. İSO hər hansı və ya bütövlükdə patent hüquqlarının müəyyən edilməsində məsuliyyət daşımıyacaq.

İSO 6878 İSO/TC 147, Suyun Keyfiyyəti, Alt Komitə SC 2 Fiziki, kimyəvi və biokimyəvi üsullar Texniki Komitəsi tərəfindən hazırlanıb.

Bu ikinci nəşr texniki cəhətdən yenidən işlənərək birinci nəşri ləğv və əvəz edir (İSO 6878:1998).

Giriş

Beynəlxalq Standartlar torpaqda, səthdə və çirkli sularda müxtəlif konsentrasiyalarda həll olmuş və ya həll olmamış halda mövcud olan fosfor birləşmələrinin müxtəlif formalarının müəyyən edilməsini əhatə edir.

İstifadəçi bilməlidir ki, bəzi problemlər əlavə kiçik şərtlərin müəyyən edilməsini də tələb edə bilər.

LAYIHƏ

Suyun keyfiyyəti — Fosforun müəyyən edilməsi — Ammonium molibdat spektrometrik üsulu

XƏBƏRDARLIQ - Bu Beynəlxalq Standartı istifadə edən şəxslər normal laboratoriya təcrübəsi ilə tanış olmalıdırlar. Bu Beynəlxalq Standart onun istifadəsi ilə bağlı bütün təhlükəsizlik problemlərinin həlli demək deyil. Müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq təcrübələrini qurmaq və hər hansı milli tənzimləmə şərtlərinə uyğunluğu təmin etmək istifadəçinin məsuliyyətidir. Bu Standarta uyğun olaraq aparılan sınaqların müvafiq ixtisaslı işçilər tərəfindən aparılması tamamilə vacibdir. Molibdat və antimon tullantılarının məhlulları düzgün şəkildə atılmalıdır.

1 Əhatə dairəsi

Beynəlxalq Standart aşağıdakıların müəyyən edilməsi metodlarını əhatə edir:

- ortofosfat (bax Bənd 4);
- Həllədicinin çıxarılmasından sonra ortofosfat (bax Bənd 5);
- Hidrolizə ediləbilən fosfat və ortofosfat (bax Bənd 6);
- Parçalanmadan sonra ümumi fosfor (bax Bənd 7 və 8).

Metodlar dəniz suyu və çirkab sular da daxil olmaqla hər növ suya tətbiq olunur. Bu nümunələrdə seyrətmədən 0,005 mq/l ilə 0,8 mq/l aralığında fosfor konsentrasiyaları təyin edilə bilər.

Həllədicinin çıxarma proseduru daha az fosfor konsentrasiyalarının təxminən 0,0005 mq/l aşkarlama limiti ilə təyin olunmasına imkan verir.

2 Mane olan amillər

Əlavə A bəzi məlum qarışımlar üçündür. Burada digərləri də ola bilər və hər hansı belə qarışımın mövcud olub olmadığını dəqiqləşdirmək və onların aradan qaldırılması üçün hərəkətə keçmək məsləhət edilir.

3 Prinsip

Ortofosfat ionlarının tərkibində molibdat və antimon ionları olan bir turşu məhlulu ilə reaksiya verərək antimon fosfomolibdat kompleksi əmələ gətirməsi.

Güclü rəngli bir molibden mavi kompleksi meydana gətirmək üçün kompleksin askorbin turşusu ilə azaldılması. Mövcud ortofosfat konsentrasiyasını təyin etmək üçün bu kompleksin udulmasının ölçülməsi.

Polifosfat və bəzi orqanofosfor birləşmələri kükürd turşusu hidrolizi nəticəsində əmələ gələn molibdat reaktiv ortofosfata çevrildikdə təyin olunur.

Bir çox orqanofosfor birləşmələri peroksidisülfatla minerallaşmaqla ortofosfata çevrilir. Azot turşusu-sulfat turşusu mineralizasiyası daha güclü bir emal tələb olunarsa istifadə olunur.

4 Ortofosfatın müəyyən edilməsi

4.1 Reaktivlər

Analiz zamanı yalnız tanınmış analitik dərəcəli reaktivlərdən və yalnız nümunələrdə təyin ediləcək ən aşağı konsentrasiyaya nisbətən əhəmiyyətsiz olan fosfat tərkibli sudan istifadə edin.

Aşağı fosfat tərkibi üçün, bütün şüşə aparatlardan ikiqat distillə edilmiş su tövsiyə olunur.

4.1.1 Sulfat turşusu məhlulu, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 9 \text{ mol/l}$.

2 litrlik bir şüşə qaba 500 ml ± 5 ml su əlavə edin. Ehtiyatla, davamlı qarışdıraraq və soyudaraq, 500 ml ± 5 ml sulfat turşusu əlavə edin, $\rho = 1,84 \text{ q/ml}$. Yaxşıca qarışdırın və məhlulu otaq temperaturunda soyumağa buraxın.

4.1.2 Sulfat turşusu məhlulu, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4,5 \text{ mol/l}$.

2 litrlik bir şüşə qaba 500 ml ± 5 ml su əlavə edin. Ehtiyatla, davamlı qarışdıraraq və soyudaraq, 500 ml ± 5 ml **9 mol/l** sulfat turşusu əlavə edin (4.1.1). Yaxşıca qarışdırın və məhlulu otaq temperaturunda soyumağa buraxın.

4.1.3 Sulfat turşusu məhlulu, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 2 \text{ mol/l}$.

1 litrlik bir şüşə qaba 300 ml ± 3 ml su əlavə edin. Diqqətlə 110 ml ± 2 ml **9 mol/l sulfat turşusu** həllini (4.1.1) əlavə edin, davamlı qarışdıraraq soyudun. Bir ölçmə qabında 500 ml ± 2 ml su ilə durulaşdırın və yaxşı qarışdırın.

4.1.4 Natrium hidroksid məhlulu, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$.

80 g ± 1 g natrium hidroksid distillə suyunda həll edin, soyudun və 1 l-dək distillə suyu ilə çatdırın.

4.1.5 Askorbin turşusu məhlulu, $\rho = 100 \text{ g/l}$.

10 q $\pm 0,5$ q askorbin turşusunu ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) 100 ml ± 5 ml suda həll edin.

QEYD Məhlul soyuducuda kəhrəba şüşə qabda saxlanılırsa 2 həftə sabit olur və rəngsiz qaldığı müddətdə istifadə edilə bilər.

4.1.6 Turşu Molibdat, Məhlul-I

13 g $\pm 0,5$ g ammonium heptamolibdat tetrahidratı $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 100 ml ± 5 ml suda həll edin. 0,35 g $\pm 0,05$ g stibium kalium tartarat hemihidratı $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$ 100 ml ± 5 ml suda həll edin.

Molibdat həllini davamlı qarışdıraraq 300 ml ± 5 ml sulfat turşusuna (4.1.1) əlavə edin. Tartarat məhlulunu əlavə edin və yaxşıca qarışdırın.

QEYD Kəhrəba şüşə qabda saxlanılırsa, reaktiv ən azı 2 ay sabit olar.

4.1.7 Turşu Molibdat, Məhlul II.

Ehtiyatla 70 ml ± 5 ml suya 230 ml $\pm 0,5$ ml sulfat turşusu (4.1.1) əlavə edin, soyudun. 13 g $\pm 0,5$ g ammonium heptamolibdat tetrahidratı $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 100 ml ± 5 ml suda həll edin. Turşu məhluluna əlavə edin və yaxşıca qarışdırın. 0,35 g $\pm 0,05$ g stibium kalium tartarat hemihidratı $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}]$ 100 ml ± 5 ml suda həll edin. Molibdat -turşu məhluluna əlavə edin və yaxşıca qarışdırın.

Bu reaktiv nümunə sulfat turşusu ilə turşulaşdırıldığı zaman da istifadə olunur (4.1.2) (həmçinin 6, 7 və 8-ci bəndlərə bax).

QEYD Kəhrəba şüşə qabda saxlanılırsa, reaktiv ən azı 2 ay sabit olar.

4.1.8 Bulanıq-rəng kompensasiya məhlulu.

Həcm əsasında sulfat turşusunun iki hissəsini (4.1.2) və askorbin turşusunun bir hissəsini (4.1.5) qarışdırın. (H_2SO_4 2:1 $C_6H_8O_6$)

QEYD Soyuducuda kəhrəba şüşə qabda saxlanılırsa, reaktiv bir neçə həftə ərzində sabit qalar.

4.1.9 Natrium tiosulfat pentahidrat məhlulu, $\rho = 12,0$ g/l.

100 ml \pm 5 ml suda 1,20 g \pm 0,05 q natrium tiosulfat pentahidratı ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) həll edin. Qoruyucu olaraq 0,05 g \pm 0,005 q susuz natrium karbonat (Na_2CO_3) əlavə edin.

QEYD Kəhrəba şüşə qabda saxlanılırsa, reaktiv ən az 4 həftə sabit qalar.

4.1.10 Ortofosfat ehtiyatının standart məhlulu, $\rho_P = 50$ mg/l.

Bir neçə qram kalium dihidrogen fosfatı sabit kütləyə qədər 105 ° C -də qurudun. 0,2197 g \pm 0,0002 g KH_2PO_4 , təxminən 800 ml \pm 10 ml suda 1000 ml həcmli bir qabda həll edin. 10 ml \pm 0,5 ml sulfat turşusu (4.1.2) əlavə edin və su ilə işarəyə qədər düzəldin.

Alternativ olaraq, satışa çıxarılan bir stok həllini istifadə edin.

Məhlul ağzı yaxşı bağlanmış bir şüşə qabda saxlanılırsa ən az 3 ay sabit qalar. Təxminən 4 ° C -yə qədər soyudulması məsləhət görülür.

4.1.11 Ortofosfat standart məhlulu, $\rho_P = 2$ mg/l.

20 ml \pm 0,01 ml ortofosfat əsas standart məhlulunu (4.1.10) 500 ml həcmli bir qaba damcıladın. Su ilə işarəyə qədər çatdırın və yaxşı qarışdırın.

Bu həlli hazırlayın və lazım olduğu zaman hər gün istifadə edin.

QEYD Bu standart məhlulun 1 ml -i 2 μ g P ehtiva edir.

4.1.12 Xlorid turşusu, $\rho(HCl) = 1,19$ q/ml.

4.1.13 Xlorid turşusu, $c(HCl) = 2,5$ mol/l.

Ehtiyatla 500 ml \pm 10 ml suya 200 ml \pm 10 ml xlorid turşusu (4.1.12) əlavə edin. Qarışdırın və otaq temperaturuna gələncə qədər soyudun. Su ilə 1000 ml -ə çatdırın.

4.2 Aparatlar

4.2.1 Spektrometr, "Prizma"- və ya "buxarı barmaqlığı tipli" və ya filtr tipli, qalınlığı 10 mm-dən 50 mm-ə qədər olan optik hüceyrələri (küvet) qəbul etməyə qadirdir.

Seçilən spektrometr, spektrin görünən və yaxın infraqırmızı bölgələrində absorbsiyanı (udulmanı) ölçmək üçün uyğun olmalıdır. Ən həssas dalğa uzunluğu 880 nm -dir, lakin həssaslıq itkisi qəbul olunarsa, absorbsiya 700 nm -də ölçülə bilər.

QEYD 100 mm optik hüceyrələri qəbul edə bilən bir spektrometr varsa, bu metodun aşkarlama həddi daha aşağıdır.

4.2.2 0,45 μ m nominal məsamə ölçülü membran filtri tutmaq üçün Filtr qurğusu.

4.2.3 Şüşə qablar.

İstifadədən əvvəl, bütün şüşə qabları, məsələn, xlor turşusu ilə (4.1.13) təxminən 40°C ilə 50°C arasında yuyun və su ilə yaxşıca durulayın. Tərkibində fosfat olan yuyucu vasitələrdən istifadə edilməməlidir.

Şüşə qablardan yalnız fosforun təyin edilməsi üçün istifadə edilməlidir. İstifadədən sonra yuxarıda göstərilirdiyi kimi təmizləyin və yenidən lazım olana qədər örtülü saxlayın.

Rəng tutmuş istifadə olunan şüşə qabları bəzən natrium hidrokسيد məhlulu ilə yuyun (4.1.4), sonra su ilə yaxşıca durulayın (4.1), şüşə qabların divarına nazik bir film kimi yapışmağa meyilli olan rəngli kompleks çöküntüləri aradan qaldırın.

4.3 Nümunə götürmə və nümunələr

4.3.1 Nümunə götürmə

Laboratoriya nümunələrini polietilen, polivinilxlorid və ya şüşə qablarda toplayın. Aşağı fosfat konsentrasiyası halında şüşə qablardan istifadə edin.

Qapaq xətləri olan nümunə qablarından istifadə edilməməlidir, çünki tərkibində fosfor ola bilər.

4.3.2 Test nümunəsinin hazırlanması

Laboratoriya nümunəsini (4.3.1) nümunə götürmədən 4 saat sonra süzün. Nümunə bu müddət ərzində sərin saxlanılıbsa, süzülmədən əvvəl otaq temperaturuna gətirin.

Əvvəlcə, təxminən 30°C ilə 40°C arasında qızdırılan 200 ml-dən artıq su ilə fosfatdan azad olmasını təmin etmək üçün 0,45 µm nominal məsamə ölçülü membran filtrini yuyun. Bu suyu atın. Nümunəni süzün və ilk 10 ml nümunə filtratını kənarlaşdırın. Ortofosfatın dərhal təyin edilməsi üçün qalanını təmiz, quru bir şüşə qabda toplayın (4.4.4).

Filtrat pH 3 ilə pH 10 aralığında deyilsə, natrium hidrokسيد (4.1.4) və ya sulfat turşusu məhlulu (4.1.3) ilə tənzimləyin.

Filtrləmə müddəti 10 dəqiqədən çox olmamalıdır. Lazım gələrsə, daha böyük diametrlili bir filtr istifadə edilməlidir.

Membran filtri ya fosfor tərkibinə görə yoxlanılmalı, ya da təsvir edildiyi kimi yuyulmalıdır. Fosforsuz ticari olaraq satılan membran filtrləri təsvir edildiyi kimi yuyulmalıdır.

4.4 Prosedur

4.4.1 Yoxlanılacaq miqdar

Test hissəsinin həcmi 40 ml -dən çox olmamalıdır. Bu maksimum həcm, 10 mm qalınlığında bir optik hüceyrə istifadə edərkən pp = 0,8 mq/l -ə qədər ortofosfat konsentrasiyalarının təyin edilməsi üçün uyğundur. Cədvəl 1 -də göstərilirdiyi kimi daha yüksək fosfat konsentrasiyalarını təmin etmək üçün daha kiçik test hissələri istifadə edilməlidir. Eynilə, 40 mm və ya 50 mm qalınlığında bir optik hüceyrədə absorbsiyani ölçməklə aşağı fosfat konsentrasiyaları təyin edilə bilər.

Cədvəl 1 — Nümunə həcmli və konsentrasiyalar

Ortofosfatın qatılığı, mq/l	Nümunənin həcmi, ml	Küvetin ölçüsü, mm
0.0 ilə 0.8	40.0	10
0.0 ilə 1.6	20.0	10
0.0 ilə 3.2	10.0	10
0.0 ilə 6.4	5.0	10
0.0 ilə 0.2	40.0	40 və ya 50

4.4.2 Blank test

Təyinatə paralel olaraq blank test aparın, eyni prosedurla, təyin edildiyi kimi eyni miqdarda bütün reaktivlərdən istifadə edin, lakin test hissəsi yerinə uyğun su həcmi istifadə edin.

4.4.3 Kalibrəmə

4.4.3.1 Kalibrəmə məhlullarının hazırlanması

Həcmli bir pipet vasitəsi ilə müvafiq həcmələri, məsələn, 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml, 6,0 ml, 7,0 ml, 8,0 ml, 9,0 ml və 10,0 ml ortofosfat standart məhlulundan (4.1.11) 50 ml həcmli kolbalara köçürün. Təxminən 40 ml su ilə məhlulu durulaşdırın. Bu məhlullar ortofosfat konsentrasiyalarını təmsil edir $\rho_p = 0,04 \text{ mg/l}$ to $0,4 \text{ mg/l}$.

Cədvəl 1-də göstərilən digər fosfat konsentrasiyası aralığına uyğun olaraq davam edin.

4.4.3.2 Rəngin intensivliyinin inkişafı

Hər bir qaba, qarışdırarkən 1 ml askorbin turşusu (4.1.5) və 2 ml turşu molibdat məhlulu I (4.1.6) əlavə edin. Su ilə 50 ml-ə ölçü xəttinə çatdırın və yaxşıca qarışdırın.

QEYD 700 nm -də ölçülən absorbans 880 nm -də həssaslığın təxminən 30 % -ni itirir.

4.4.3.3 Spektrometrik ölçmələr

Hər bir məhlulun absorpsiyasını 10 dəqiqədən 30 dəqiqəyə qədər olan bir müddətdən sonra spektrometrdən (4.2.1) istifadə edərək 880 nm -də (4.2.1) və ya həssaslıq itkisi qəbul edilərsə, 700 nm -də ölçün. İstinad hüceyrəsində su istifadə edin.

4.4.3.4 Kalibrəmə qrafikinə qurulması

Kalibrəmə məhlullarının hər mqP/l fosfor tərkibinə (x oxu kimi) qarşı absorpsiya qrafiki (y oxu kimi) çəkin. Absorpsiya və konsentrasiya arasındakı əlaqə xətti olur. Qrafikin meylini təyin edin.

Zaman-zaman xətti olması üçün qrafiki yoxlayın, xüsusən də yeni kimyəvi partiyalar istifadə olunarsa.

4.4.4 Müəyyənəşdirmə

4.4.4.1 Rəng tənzimləmə

4.4.4.1.1 Standard prosedurlar

Seçilmiş test hissəsinin həcmi (4.4.1), V_s -ni 50 ml həcmli işarəli kolbaya tökün və lazım olduqda təxminən 40 ml \pm 2 ml su ilə məhlulu durulaşdırın. 4.4.3.2-də göstəriləndiyi kimi davam edin.

Test nümunəsində arsenat varsa, bu, turş mühitdə tiosulfat olan arsenitə endirilməlidir. Arsenitin azalması, aşağıda təsvir edildiyi kimi ən az 2 mq/l qədər arsenat konsentrasiyası üçün kəmiyyətdir.

Həcmli bir pipet vasitəsi ilə maksimum 40 ml test nümunəsini 50 ml həcmli bir qaba köçürün. 0,4 ml sulfat turşusu (4.1.2), 1 ml askorbin turşusu (4.1.5) və 1 ml tiosulfat məhlulu (4.1.9) əlavə edin. Qarışdırın və azalmanın 10 dəqiqə \pm 1 dəq davam etməsinə icazə verin. 2 ml turşu molibdat Məhlul II (4.1.7) əlavə edin. Su ilə işarəyə qədər düzəldin. Yaxşı qarışdırın. 4.4.3.3-də göstəriləndiyi kimi davam edin.

4.4.4.1.2 Nümunələrin bulanıq olması halında prosedur

Test nümunəsi bulanıq və/və ya rənglidirsə, aşağıdakı kimi davam edin.

Test hissəsinin seçilmiş həcminə 3 ml bulanıq/rəngli kompensasiya reaktivi (4.1.8) əlavə edin. 50 ml -ə qədər durulaşdırın və absorbsiyanı ölçün. Bu məhlulun absorbsiyasını 4.4.3.3 -də göstəriləndiyi kimi ölçülmüş dəyərdən çıxarın.

4.4.4.2 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

Əgər test hissəsi arsenatın müdaxiləsi səbəbindən tiosulfatla işlənmişsə, ölçmələr 10 dəqiqə ərzində aparılmalıdır; əks halda rəng solacaq.

4.5 Nəticələrin ifadəsi

4.5.1 Hesablama

Tənlikdən istifadə edərək ortofosfat konsentrasiyasını, ρ_P , litr başına milliqramla ifadə edin

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{\max}}{f \times V_s}$$

harada
ki

A test ediləcək miqdarın absorbsiyasıdır;

A_0 blank test absorbsiyasıdır;

f miligram başına litrlə (l/mq) ifadə edilən kalibrlemə qrafikinə yamacıdır (4.4.3.4);

V_{\max} mililitr (ml) ilə ifadə olunan kolbanın (50 ml) həcmidir;

V_s test hissəsinin mililitr (ml) ilə ifadə olunan faktiki həcmidir.

Fosforun kütləvi konsentrasiyalarını aşağıdakı kimi bildirin, lakin üçdən çox olmamalıdır:

- $\rho_P < 0,1$ mg/l-a ən yaxın 0,001 mg/l;
- $\rho_P < 10$ mg/l-a ən yaxın 0,01 mg/l;
- $\rho_P \geq 10$ mg/l-a ən yaxın 0,1 mg/l.

4.5.2 Dəqiqlik

Cədvəl B.1 -dəki dəqiq məlumatlar 16 laboratoriyanın iştirak etdiyi laboratoriyalararası sınaqda əldə edilmişdir.

QEYD müdaxilələr üçün Əlavə A-ya baxın.

4.6 Test hesabatı

Test hesabatı aşağıdakı məlumatları ehtiva etməlidir:

- a) nümunənin tam müəyyənləşdirilməsi üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- b) Bu Beynəlxalq Standarta (ISO 6878:2004) istinad;

- c) istifadə olunan üsula və maddənin nömrəsinə istinad;
- d) əldə olunan nəticələr;
- e) nəticələrə təsir edə biləcək hər hansı bir hadisə ilə birlikdə bu hissəyə daxil edilməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən hər hansı bir əməliyyatın detalları.

5 Həllədiçi ilə ekstraksiyadan sonra ortofosfatın müəyyən edilməsi

5.1 Tətbiqlər

Bu üsul yalnız nümunədəki fosfat konsentrasiyası 0,01 mq/l P -dən az olduqda tətbiq oluna bilər. Bu üsul xüsusilə dəniz suyu üçün uyğundur.

5.2 Reaktivlər

4.1.5, 4.1.6 və 4.1.10 və əlavədə göstərilən reaktivlərdən istifadə edin:

5.2.1 Heksan-1-ol ($C_6H_{13}OH$).

5.2.2 Etanol (C_2H_5OH).

5.2.3 Ortofosfat, standart məhlul, $\rho_P = 0,5$ mg/l P.

5,0 ml \pm 0,01 ml ortofosfat ehtiyatının standart məhlulunu (4.1.10) 500 ml həcmli işarəli kolbaya pipetlə köçürün. Su ilə işarəyə qədər çatdırın və yaxşı qarışdırın.

Bu həlli hazırlayın və lazım olduğu halda hər gün istifadə edin.

5.3 Nümunə götürmə və nümunələr

4.3-ə baxın.

5.4 Prosedur

5.4.1 Yoxlanılacaq miqdar

Ölçmə silindrinin köməyi ilə 350 ml \pm 5 ml test nümunəsini (4.3) 500 ml ayırıcı qıfa köçürün.

5.4.2 Blank test

Təyinatə paralel olaraq blank test aparın, eyni prosedurla, təyin edildiyi kimi eyni miqdarda bütün reaktivlərdən istifadə edin, ancaq test hissəsi yerinə 350 ml su istifadə edin.

5.4.3 Kalibrlemə

5.4.3.1 Kalibrlemə məhlullarının hazırlanması

Beş ayrı ayırıcı qıfa 300 ml \pm 10 ml su əlavə edin. Mikroburetdən hər 500 ml ayırıcı qıfa 1,4 ml, 2,8 ml, 4,2 ml, 5,6 ml və 7,0 ml ortofosfat standart məhlulu (5.2.3) əlavə edin. Hər bir məhlulu 350 ml \pm 10 ml su ilə durulaşdırın, ağzını bağlayın və qarışdırın. Bu məhlullar sırasıyla 0,002 mq/l, 0,004 mq/l, 0,006 mq/l, 0,008 mq/l və 0,01 mq/l olan ortofosfat konsentrasiyalarını təmsil edir.

5.4.3.2 Rəngin inkişafı

Hər bir ayırma qıfına, döndərərək 7,0 ml ± 0,1 ml askorbin turşusu (4.1.5) və 14.0 ml ± 0.1 ml turşu molibdat məhlulu I (4.1.6) əlavə edin.

15 dəqiqədən sonra hər ayırıcı qıfa və tıxaca 40,0 ml ± 0,1 ml heksan-1-ol (5.2.1) əlavə edin. 1 dəqiqə güclü bir şəkildə silkələyin. Fazaların ayrılmasına imkan verin və yuxarı heksan-1-ol ekstraktlarının hər birini 30 ml ± 0,01 ml quru 50 ml həcmli işarəli flakonlara pipetlə köçürün. Hər bir kolbaya 1,0 ml ± 0,2 ml etanol (5.2.2) əlavə edin və hər məhlulu 1-heksanol ilə işarəyə qədər durulaşdırın.

5.4.3.3 Spektrometrik ölçmələr

İstinad hüceyrəsindəki heksan-1-ol-a qarşı 40 mm və ya 50 mm qalınlığındakı optik hüceyrələrdə 680 nm-də hər bir heksan-1-ol məhlulunun absorpsiyasını ölçün.

5.4.3.4 Kalibrləmə qrafikinə qurulması

Kalibrləmə məhlullarının mq/l fosfor tərkibinə (x oxu kimi) qarşı absorpsiya qrafiki (y oxu kimi) çəkin. Qrafikin meylini təyin edin.

Xüsusilə yeni kimyəvi maddələr istifadə olunarsa, kalibrləmə əyrisinin xətti olmasını vaxtaşırı yoxlayın..

5.4.4 Müəyyənləşdirmə

5.4.4.1 Rəngin inkişafı

Kalibrləmə məhlulları üçün test hissələrini (5.4.1) 5.4.3.2 -də göstəriləni kimi yoxlayın.

5.4.4.2 Spektrometrik ölçmələr

5.4.3.3-ə baxın.

5.5 Nəticələrin ifadəsi

Tənlikdən istifadə edərək ortofosfat konsentrasiyasını, ρP, litr başına milliqram (mg/l) ilə hesablayın:

$$\rho_P = \frac{A - A_0}{f}$$

harada ki

A test ediləcək miqdarın absorpsiyasıdır;

A₀ blank testin absorpsiyasıdır;

f kalibrləmə qrafikinə yamacıdır (5.4.3.4), miligram başına litrlə (l/mq).

Dəyəri təxmini 0,001 mq/l bildirin, ancaq 0,0005 mg/l -dən aşağı olan dəyərləri ρP <0,000 5 mg/l olaraq verin.

QEYD Müdaxilələr üçün Əlavə A-ya baxın.

5.6 Test hesabatı

Test hesabatı aşağıdakıları ehtiva etməlidir:

- nümunənin tam müəyyənləşdirilməsi üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- bu Beynəlxalq Standarta (ISO 6878:2004) istinad;

- c) istifadə olunan üsula və maddənin nömrəsinə istinad;
- d) əldə olunan nəticələr;
- e) nəticəyə təsir göstərə biləcək hər hansı bir hadisə ilə birlikdə bu hissəyə daxil edilməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən əməliyyatların təfərrüatları.

6 Hidrolizə ediləbilən fosfat və ortofosfatın müəyyən edilməsi

6.1 Reaktivlər

4.1.2, 4.1.4, 4.1.5, 4.1.7 və 4.1.11 -də göstərilən reaktivlərdən istifadə edin.

6.2 Aparatlar

4.2-yə baxın.

6.3 Nümunə götürmə və nümunələr

6.3.1 Nümunəgötürmə

4.3.1-ə baxın.

6.3.2 Test nümunəsinin hazırlanması

Nümunəni (4.3.1) 4.3.2 -də göstəriləni kimi süzün və nümunə götürmədən sonra ən qısa müddətdə təhlil edin. Nümunə bu müddət ərzində soyuqda (5 ° C -dən 10 ° C -ə qədər) saxlanılmış olarsa, süzülmədən əvvəl otaq temperaturuna gətirin.

Təxminən pH 1-ə çatdırmaq üçün 100 ml süzülmüş test nümunəsinə 1 ml sulfat turşusu (4.1.2) əlavə edin. Süzülmüş nümunəni analiz olunana qədər qaranlıq və sərin yerdə saxlayın.

6.4 Prosedur

6.4.1. Yoxlanılacaq miqdar

Nümunənin gözlənilən fosfat konsentrasiyasına görə (Cədvəl 1 -ə baxın), həcmli bir pipet vasitəsi ilə maksimum 40 ml-ə qədər test nümunəsinə (6.3.2) konik bir qaba köçürün. Lazım gələrsə, su ilə məhlulu 40 ml ± 2 ml-ə qədər açın. Sulfat turşusu (4.1.2) ilə pH <1 -ə qədər turşulaşdırın və təxminən 30 dəqiqə yavaş-yavaş qaynadın. Həcmi 25 ilə 35 ml arasında qalması üçün vaxtaşırı kifayət qədər su əlavə edin. Natrium hidrokسيد məhlulu (4.1.4) ilə pH 3 -dən pH 10-a qədər tənzimləyin və 50 ml həcmli bir qaba köçürün; təxminən 40 ml su ilə məhlulu durulaşdırın.

Alternativ olaraq, turşulaşdırılmış filtratı qapalı bir şüşə içərisində təxminən 30 dəqiqə 115°C ilə 120°C arasında olan bir avtoklavda minerallaşdırın.

6.4.2 Blank test

Təyinatdakı kimi bütün reaktivlərdən eyni miqdarda istifadə edərək eyni prosedurla təyin edilməsinə paralel olaraq blank test aparın, lakin test ediləcək miqdarda eyni dərəcədə turşulaşdırılmış sudan istifadə edin.

6.4.3 Kalibrlemə

6.4.3.1 Kalibrlemə məhlulunun hazırlanması

Həcmli bir pipet vasitəsi ilə müvafiq həcmli, məsələn, 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml, 6,0 ml, 7,0 ml, 8, 0 ml, 9,0 ml və 10,0 ml ortofosfat standart məhlulunu 50 ml konik flakonlara köçürün. 40 ml ± 2 ml su ilə məhlulu durulaşdırın. Bu məhlullar ortofosfat konsentrasiyalarını təmsil edir $\rho_P = 0,04 \text{ mg/l}$ to $0,4 \text{ mg/l}$. Cədvəl 1 -də göstərilən digər fosfat konsentrasiyası aralığına uyğun olaraq davam edin. Sulfat turşusu (4.1.2) ilə pH <1 -ə qədər turşulaşdırın və təxminən 30 dəqiqə yavaş-yavaş qaynadın və 6.4.1-də göstəriləni kimi davam edin.

6.4.3.2 Rəngin inkişafı

Hər bir qaba, döndərəkən 1 ml askorbin turşusu (4.1.5) və sonra 2 ml turşu molibdat məhlulu 2 (4.1.7) əlavə edin. Su ilə işarəyə qədər düzəldin.

6.4.3.3 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

6.4.3.4 Kalibrlemə qrafikinə qurulması

4.4.3.4-ə baxın.

6.4.4 Müəyyənləşdirmə

6.4.4.1 Rəngin inkişafı

Test ediləcək miqdarı (6.4.1) istifadə edərək 6.4.3.2-ə uyğun olaraq davam edin.

6.4.4.2 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

6.5 Nəticələrin ifadəsi

6.5.1 Hesablama

Tənləkdən istifadə edərək ortofosfat və üstəgəl hidroliz oluna bilən fosfat konsentrasiyasını, ρ_P , litr başına milliqramla ifadə edin

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{\max}}{f \times V_S}$$

harada

- A test ediləcək miqdarın absorbansdır;
- A_0 blank testin absorbansdır;
- f hər milliqrama litrlə ifadə edilən (l/mg) kalibrlemə qrafikinə yamacıdır (4.4.3.4), (l/mg);
- V_{\max} mililitr (ml) ilə ifadə olunan həcmli flakonun (50 ml) həcmidir;
- V_S test ediləcək hissənin mililitr (ml) ilə ifadə olunan faktiki həcmidir.

Həllətmə addımlarını, həmçinin sulfat turşusunun əlavə edilməsindən qaynaqlanan hər hansı bir həllətmə addımını nəzərə alın.

Fosforun kütləvi konsentrasiyalarını aşağıdakı kimi bildirin, lakin mühüm elementlər üçdən çox olmamalıdır.

- təxminən 0,001 mg/l-a $\rho_P < 0,1$ mg/l;
- təxminən 0,01 mg/l-a $\rho_P < 10$ mg/l;
- təxminən 0,1 mg/l-a $\rho_P \leq 10$ mg/l.

6.5.2 Dəqiqlik

Cədvəl B.2 -dəki dəqiq məlumatlar 15 laboratoriyanın iştirak etdiyi laboratoriyalararası bir araşdırmada əldə edilmişdir (bax: Cədvəl B.1).

QEYD Müdaxilələr üçün Əlavə A-ya baxın.

6.6 Test hesabatı

Test hesabatı aşağıdakı məlumatları ehtiva etməlidir:

- a) nümunənin tam müəyyənləşdirilməsi üçün bütün vacib məlumatlar;
- b) bu Beynəlxalq Standarta (ISO 6878:2004) istinad;
- c) istifadə olunan üsula və maddənin nömrəsinə istinad;
- d) əldə olunmuş nəticələr;
- e) nəticələrə təsir edə biləcək hər hansı bir hadisə ilə birlikdə bu hissəyə daxil edilməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən hər hansı bir əməliyyatın detalları.

7 Peroksodisulfat oksidləşməsindən sonra ümumi fosforun müəyyən edilməsi

7.1 Reaktivlər

4.1.2, 4.1.3, 4.1.4, 4.1.5, 4.1.7, 4.1.8, 4.1.9 və 4.1.11-də və əlavədə göstərilən reaktivlərdən istifadə edin:

7.1.1 Kalium peroksodisulfat məhlulu.

100 ml \pm 5 ml suya 5 g \pm 0,1 g kalium peroksodisulfat ($K_2S_2O_8$) əlavə edin, həll olunması üçün qarışdırın.

QEYD Həddindən artıq doymuş məhlul otaq temperaturunda birbaşa günəş işığından qorunan kəhrəba borosilikat şüşədə saxlanılırsa, məhlul ən azı 2 həftə sabit qalar.

7.2 Aparatlar

4.2 və əlavəyə baxın:

7.2.1 Borosilikat kolbalar, 100 ml, şüşə tıxaclı, metal qısqaclarla möhkəm bərkidilmiş olur (avtoklavda peroksodisulfat üsulu ilə ümumi fosforun təyin edilməsi üçün); polipropen şüşələr və ya konik flakonlar (vintlə bağlanmış) da uyğundur.

İstifadədən əvvəl, təxminən 50 ml su və 2 ml kükürd turşusu əlavə edərək şüşə və ya şüşələri təmizləyin (8.1.1). 115°C ilə 120°C arasındakı işləmə temperaturunda 30 dəqiqə bir avtoklava qoyun, soyudun və su ilə durulayın, proseduru bir neçə dəfə təkrarlayın və örtülü şəkildə saxlayın.

7.3 Nümunə götürmə və nümunələr

7.3.1 Nümunəgötürmə

4.3.1-ə baxın.

7.3.2 Test nümunəsinin hazırlanması

100 ml süzülmemiş test nümunəsinə 1 ml kükürd turşusu (4.1.2) əlavə edin. Turşuluq təxminən pH 1 olmalıdır; deyilsə, natrium hidroksid məhlulu (4.1.4) və ya kükürd turşusu (4.1.3) ilə tənzimləyin.

Analiz olunana qədər qaranlıq və sərin yerdə saxlayın.

Ümumi həll olunan fosfor təyin olunarsa, nümunəni 6.3.2 -də göstəriləyi kimi süzün.

7.4 Prosedur

7.4.1 Yoxlanılacaq miqdar

Çox miqdarda üzvi maddənin olması halında peroksodisulfat istifadə edən oksidləşmə təsirli olmayacaq; bu halda, nitrat turşusu və kükürd turşusu qarışığından istifadə edərək oksidləşmə zəruridir (Maddə 8-ə baxın).

Maksimum 40 ml -ə qədər test nümunəsinə (7.3.2) 100 ml -lik konik bir qaba pipetlə köçürün. Lazım gələrsə, 40 ml \pm 2 ml su ilə məhlulu həll edin. 4 ml kalium peroksodisulfat məhlulu (7.1.1) əlavə edin və təxminən 30 dəqiqə vaxtda qaynadın. Həcmi 25 ilə 35 ml arasında qalması üçün vaxtaşırı kifayət qədər su əlavə edin. Soyudun, natrium hidroksid məhlulu (4.1.4) və ya sulfat turşusu (4.1.3) ilə pH3 ilə pH10 arasında tənzimləyin və 50 ml həcmli bir qaba köçürün; təxminən 40 ml su ilə həll edin.

Alternativ olaraq, 115°C ilə 120°C arasında bir otoklavda 30 dəqiqə mineralizasiya edin.

QEYD 1 Fosfor birləşmələrini minerallaşdırmaq üçün ümumiyyətlə otuz dəqiqə kifayətdir; bəzi polifosfonik turşuların hidroliz üçün 90 dəqiqəyə qədər ehtiyacı var.

QEYD 2 Hər hansı bir arsenat müdaxilələrə səbəb olacaq. Əvvəlcə mövcud olan hər hansı bir arsenik, bu yarım bənddə təsvir edilən şərtlər altında arsenatlaşmaq üçün oksidləşəcək və buna görə də müdaxiləyə səbəb olacaqdır.

Nümunədə arsenik olduğu bilinirsə və ya şübhələnirsə, müdaxilənin aradan qaldırılması lazımdır. Mineralizasiya mərhələsindən dərhal sonra natrium tiosulfat məhlulu (4.1.9) ilə yoxlayın. Dəniz suyunun bir avtoklavda mineralaşması halında, arsenatın tiosulfatla azalmasına qədər təxminən 2 dəqiqə qaynadaraq sərbəst xlor çıxarın.

7.4.2 Blank test

Təyinatə paralel olaraq blank test aparın, eyni prosedurla, təyin edildiyi kimi eyni miqdarda bütün reaktivlərdən istifadə edin, ancaq yoxlanılacaq miqdar əvəzinə su istifadə edin.

7.4.3 Kalibrlemə

7.4.3.1 Kalibrlemə məhlullarının hazırlanması

Həcmli bir pipet vasitəsi ilə müvafiq həcmli, məsələn, 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml, 6,0 ml, 7,0 ml, 8, 0 ml, 9,0 ml və 10,0 ml ortofosfat standart məhlulunu (4.1.11) 100 ml konik qablara köçürün, təxminən 40 ml su ilə həll edin. Bu məhlullar ortofosfat konsentrasiyalarını $\rho_P = 0,04$ mq/l ilə 0,4 mq/l arasında təmsil edir. 7.4.1-dəki "4 ml kalium peroksodisulfat məhlulu (7.1.1) əlavə edin və təxminən 30 dəqiqə vaxtda qaynadın" maddəsində göstəriləyi kimi davam edin.

7.4.3.2 Rəngin inkişafı

Dönərkən hər 50 ml -lik qaba 1 ml askorbin turşusu (4.1.5) və 30 saniyədən sonra 2 ml turşu molibdat məhlulu II (4.1.7) əlavə edin. Su ilə işarəyə qədər düzəldin və yaxşıca qarışdırın.

7.4.3.3 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

7.4.3.4 Kalibrəmə qrafikinə qurulması

4.4.3.4-ə baxın.

7.4.4 Müəyyənləşdirmə

7.4.4.1 Rəngin inkişafı

Yoxlanılacaq hissəni 7.4.1-dəki kimi hazırlayın və 7.4.3.2-də göstərilədiyi kimi davam edin.

Test nümunəsi bulanıq və/və ya rənglidirsə, aşağıdakı prosedura tövsiyə olunur:

Peroksodisulfatla minerallaşmış yoxlanılacaq hissənin seçilmiş həcminə 3 ml bulanıq/rəngli kompensasiya reaktivi (4.1.8) əlavə edin. 50 ml su ilə həll edin və absorbsiya qabiliyyətini ölçün. 4.4.3.3 -ə uyğun olaraq ölçülmüş dəyərdən məhlulun absorbsiya qabiliyyətini çıxarın.

7.4.4.2 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

7.5 Nəticələrin ifadəsi

7.5.1 Hesablama

Tənlikdən istifadə edərək, mq/l ifadə olunan ümumi fosforun ρ_P konsentrasiyasını hesablayın

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{\max}}{f \times V_s}$$

harada
ki

A yoxlanılacaq hissənin absorbsiyasıdır;

A_0 blank testin absorbsiyasıdır;

f hər milliqramı litrlə ifadə edilən (l/mg) kalibrəmə qrafikinə yamacıdır (4.4.3.4);

V_{\max} mililitr (ml) ilə ifadə olunan həcmli flakonun (50 ml) həcmidir;

V_s mililitr ilə ifadə olunan test miqdarının faktiki həcmidir.

Hər hansı bir həllətmə addımını və kükürd turşusunun əlavə edilməsindən qaynaqlanan həllətməni nəzərə alın. Fosforun kütləvi konsentrasiyalarını aşağıdakı kimi bildirin, lakin üçdən çox vacib fiqur olmamalıdır:

təxminən 0,001 mg/l- a $\rho_P < 0,1$ mg/l;

- təxminən 0,01 mg/l- a $\rho_p < 10$ mg/l;
- təxminən 0,1 mg/l- a $\rho_p \geq 10$ mg/l.

LAYIHƏ

7.5.2 Dəqiqlik

Cədvəl B.1 -dəki dəqiq məlumatlar 16 laboratoriyanın iştirak etdiyi laboratoriyalararası sınaqda əldə edilmişdir.

QEYD müdaxilələr üçün Əlavə A-ya baxın.

7.6 Test hesabatı

Test hesabatı aşağıdakı məlumatları ehtiva etməlidir:

- nümunənin tam müəyyənləşdirilməsi üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- bu Beynəlxalq Standarta (ISO 6878:2004) istinad;
- istifadə olunan üsula və maddənin nömrəsinə istinad;
- əldə olunmuş nəticələr;
- nəticələrə təsir edə biləcək hər hansı bir hadisə ilə birlikdə bu hissəyə daxil edilməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən hər hansı bir əməliyyatın detalları.

8 Nitrat turşusu və kükürd turşusu ilə parçalanmasından sonra ümumi fosforun müəyyən edilməsi

8.1 Reaktivlər

Use the reagents specified in 4.1.2, 4.1.5, 4.1.7, 4.1.9 and in addition:

8.1.1 Kükürd turşusu, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

8.1.2 Nitrat turşusu, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.

8.1.3 Natrium hidroksid, $c(\text{NaOH}) = 8 \text{ mol/l}$ məhlulu.

150 q \pm 10 ml suda 64 q \pm 1 q natrium hidroksid həll edin, soyudun və su ilə 200 ml \pm 10 ml -ə qədər durulaşdırın. Polietilen şüşə qabda saxlayın.

8.2 Aparatlar

4.2 və əlavəyə baxın:

8.2.1 Kjeldahl qabı, 200 ml.

8.3 Nümunə götürmə və nümunə

8.3.1 Nümunəgötürmə

4.3.1-ə baxın.

8.3.2 Test nümunələrinin hazırlanması

100 ml süzülmemiş test nümunəsinə 1 ml sulfat turşusu (4.1.2) əlavə edin. Turşuluq təxminən pH 1 olmalıdır; deyilsə, pH -ı natrium hidroksid məhlulu (4.1.4) və ya kükürd turşusu (4.1.3) ilə tənzimləyin. Analiz olunana qədər qaranlıq və sərin yerdə saxlayın.

Ümumi həll olunan fosfor təyin olunarsa, nümunə 6.3.2 -ə uyğun olaraq süzülür.

8.4 Prosedur

8.4.1 Yoxlanılacaq miqdar

XƏBƏRDARLIQ-Bu proseduru yaxşı havalandırılan sorucu şafında aparmaq lazımdır.

Maksimum 40 ml -ə qədər test nümunəsini (8.3.2) Kjeldahl qabına (8.2.1) pipetlə köçürün. Ehtiyatla 2 ml sulfat turşusu (8.1.1) əlavə edin və qarışdırın. Zərbə əleyhinə qranullar əlavə edin və ağ buxarların yaranması üçün yavaş-yavaş qızdırın. Soyuduqdan sonra, qarışdırarkən diqqətlə 0,5 ml nitrat turşusu (8.1.2) əlavə edin və qəhvəyi buxarların əmələ gəlməsini dayandırana qədər qızdırın. Soyuduqdan sonra, şəffaf və rəngsiz bir həll alınana qədər, döndərək damla-damla nitrat turşusu əlavə etməyə davam edin. Soyudun və ehtiyatla ağ buxarlar yaranana qədər davamlı qarışdıraraq və isidərək 10 ml su əlavə edin. Soyuduqdan sonra diqqətlə davamlı qarışdıraraq 20 ml su əlavə edin. Soyudarkən diqqətli bir şəkildə natrium hidrokسيد məhlulu (8.1.3) əlavə edin və məhlulu pH 3 ilə pH 10 arasında tənzimləyin. Soyuduqdan sonra məhlulu 50 ml həcmli bir qaba köçürün. Kjeldahl qabını az miqdarda su ilə yaxalayın və yaxantı suyu balona əlavə edin.

Arsen müdaxiləsi üçün 4.4.4 və A.2 -ə baxın.

8.4.2 Blank test

Təyinatə paralel olaraq blank test aparın, eyni prosedurla, təyin edildiyi kimi eyni miqdarda bütün reaktivlərdən istifadə edin, ancaq Yoxlanılacaq hissə əvəzinə su istifadə edin.

8.4.3 Kalibrləmə

8.4.3.1 Kalibrləmə məhlullarının hazırlanması

Həcmli bir pipet vasitəsi ilə müvafiq həcmli, məsələn 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml, 6,0 ml, 7,0 ml, 8,0 ml, 9,0 ml və 10,0 ml ortofosfat standart məhlulunu (4.1.11) 200 ml Kjeldahl qablarına köçürün.

Bu məhlullar ortofosfat konsentrasiyalarını təmsil edir $\rho_P = 0,04 \text{ mg/l}$ to $0,4 \text{ mg/l}$. 8.4.1-dəki "Ehtiyatla 2 ml kükürd turşusu (8.1.1) əlavə edin və qarışdırmaq üçün döndərin" maddəsində göstəriləyi kimi hərəkət edin.

8.4.3.2 Rəngin inkişafı

Hər 50 ml -lik qaba, dönerəkən 1 ml askorbin turşusu (4.1.5) və 30 saniyədən sonra 2 ml turşu molibdat məhlulu II (4.1.7) əlavə edin. Su ilə işarəyə qədər düzəldin və yaxşı qarışdırın.

8.4.3.3 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

8.4.3.4 Kalibrləmə qrafikinə qurulması

4.4.3.4-ə baxın.

8.4.4 Müəyyənləşdirmə

8.4.4.1 Rəngin inkişafı

8.4.1 -dən yoxlanılacaq hissəni istifadə edərək 8.4.3.2 -ə uyğun olaraq davam edin.

8.4.4.2 Spektrometrik ölçmələr

4.4.3.3-ə baxın.

8.5 Nəticələrin ifadəsi

8.5.1 Hesablama

Tənlikdən istifadə edərək, litr başına milliqramla ifadə olunan ümumi fosforun ρ_P konsentrasiyasını hesablayın

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{max}}{f \times V_s}$$

harada
ki

- A yoxlanılacaq hissənin absorbsiyasıdır;
- A_0 blank testin absorbsiyasıdır;
- f hər milliqramı litrlə ifadə edilən (l/mg) kalibrlemə qrafikinə yamacıdır (4.4.3.4);
- V_{max} mililitr (ml) ilə ifadə olunan həcmli flakonun (50 ml) həcmidir;
- V_s mililitr ilə ifadə olunan test miqdarının faktiki həcmidir.

Hər hansı bir həlletmə addımını və kükürd turşusunun əlavə edilməsindən qaynaqlanan həlletməni nəzərə alın.

Fosforun kütləvi konsentrasiyalarını aşağıdakı kimi bildirin, lakin üçdən çox vacib fiqur olmamalıdır:

- təxminən 0,001 mg/l- a $\rho_P > 0,1$ mg/l;
- təxminən 0,01 mg/l- a $\rho_P < 10$ mg/l;
- təxminən 0,1 mg/l- a $\rho_P \approx 10$ mg/l.

8.5.2 Dəqiqlik

Cədvəl B.3 -dəki dəqiq məlumatlar 16 laboratoriyanın iştirak etdiyi laboratoriyalararası sınaqda əldə edilmişdir.

QEYD Müdaxilələr üçün Əlavə A-ya baxın.

8.6 Test hesabatı

Test hesabatı aşağıdakı məlumatları ehtiva etməlidir:

- a) nümunənin tam müəyyənləşdirilməsi üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- b) bu Beynəlxalq Standarta (ISO 6878:2004) istinad;
- c) istifadə olunan üsula və maddənin nömrəsinə istinad;
- d) əldə olunmuş nəticələr;
- e) nəticələrə təsir edə biləcək hər hansı bir hadisə ilə birlikdə bu hissəyə daxil edilməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən hər hansı bir əməliyyatın detalları.

Əlavə A (məlumatlandırıcı)

İstinadlar

A.1 Silikat

Silikat konsentrasiyasında 5 mq/l-ə qədər Si olduqda analizə mane olmur. Bununla birlikdə, yüksək konsentrasiyalar absorpsiyanın artmasına səbəb olur.

30 dəqiqəlik reaksiya müddətindən sonra Cədvəl A.1 -dəki dəyərlər əldə edilmişdir.

Cədvəl A.1 — Silikat ionlarının analitik nəticələrə təsiri

Silikat konsentrasiyası, Si mg/l	Fosfat konsentrasiya ekvivalenti, P mg/l
10	0,005
25	0,015
50	0,025

A.2 Arsenat

Arsenat, ortofosfatın istehsal etdiyi rəngə bənzər bir rəng çıxarır. Bu müdaxilə natrium tiosulfat (4.1.9) ilə arsenatı arsenitə çevirməklə (bax 4.4.4.1.1) aradan qaldırıla bilər.

A.3 Sulfid kükürd

2 mq/l S -ə qədər sulfid kükürd konsentrasiyasına icazə verilir. Azot qazını turşulaşdırılmış nümunədən keçirməklə daha yüksək konsentrasiyalar məqbul səviyyəyə endirilə bilər (6.4.1 -də olduğu kimi turşulaşdırma).

A.4 Flüorid

70 mq/l flüorid konsentrasiyasına icazə verilir. 200 mq/l-dən yüksək konsentrasiyalar rəng inkişafına tamamilə maneə törədir.

A.5 Keçid metalları

A.5.1 Dəmir, rəng intensivliyinə təsir edir, lakin 10 mq/l Fe konsentrasiyasında təsir 5 %-dən azdır. Vanadatın səbəb olduğu rəng artımı xətti olur və 10 mq/l vanadiy konsentrasiyasında təxminən 5 % -dir.

A.5.2 10 mq/l -ə qədər konsentrasiyalarda xrom (III) və xrom (VI) müdaxilə etmir, ancaq təxminən 50 mq/l konsentrasiyada Cr absorpsiyası təxminən 5 % artır.

A.5.3 10 mq/l -ə qədər konsentrasiyalarda mis müdaxilə etmir.

A.6 Dəniz suyu

Duzluluğun dəyişməsi rəng intensivliyinə əhəmiyyətsiz təsir göstərir.

A.7 Nitrit

Nitrit konsentrasiyası 3,29 mq/l -dən çox olarsa, rəngin ağarması meydana gələ bilər. Bir az sulfat turşusu nitritin parçalanmasında təsirlidir; 100 mq turşu 32,9 mq/l nitrit konsentrasiyasını həll edəcəkdir.

LAYIHLƏ

Cədvəl B.1 -dəki dəqiq məlumatlar, 4 -cü bənddə göstərilən metoddan istifadə edərək, 16 laboratoriyanın iştirakı ilə Finlandiya tərəfindən təşkil edilən laboratoriyalararası bir araşdırmada əldə edilmişdir.

Cədvəl B1-4-cü bəndə görə dəqiq məlumat

Nüminə təsviri	Nümunə sayı, n	Ölçü vahidi mq/l	Standartdan yayınma		
			Təkrarlıq	Yenidən istehsal	
			Tamamilə mq/l	Tamamilə mq/l	Nisbi %
Polifosfatın iştirakı ilə ortofosfat	70	0.057 6	0.002 2	0.010 8	18.8
Ortofosfat	69	0.312 7	0.004 81	0.032 4	10.4
Arsenat və polifosfatın iştirakı ilə ortofosfat	78	0.192	0.004 01	0.034 8	18.1
Arsenatın iştirakı ilə ortofosfat	78	0.101 3	0.005 77	0.022 1	21.8

Cədvəl B.2 -dəki dəqiq məlumatlar, 6 -cı bənddə göstərilən metoddan istifadə edərək 15 laboratoriyanın iştirak etdiyi laboratoriyalararası bir araşdırmada əldə edilmişdir.

Cədvəl B.2 — 6-cı bəndə görə dəqiq məlumat

Nüminə təsviri	Nümunə sayı, n	Ölçü vahidi mq/l	Standartdan yayınma		
			Təkrarlıq	Yenidən istehsal	
			Tamamilə mq/l	Tamamilə mq/l	Nisbi %
Polifosfatın	79	0.179 26	0.006 59	0.044 6	24.8
Üzvi olaraq bağlanmış fosforun iştirakı ilə ortofosfat	65	0.174 9	0.007 09	0.025 9	14.8

Cədvəl B.3 -də təqdim olunan dəqiq məlumatlar 16 laboratoriyanın iştirak etdiyi laboratoriyalararası sınaqda əldə edilmişdir. Həm peroksodisülfat oksidləşməsi, həm də "nitrat turşusu/kükürd turşusu" həll prosedurları istifadə edildi və analiz edilən nümunələrdə əhəmiyyətli fərqlər müşahidə edilmədi.

Cədvəl B.3 —7 və 8-ci bəndlərə görə dəqiq məlumat

Nüminə təsviri	Nümunə sayı, n	Ölçü vahidi mq/l	Standartdan yayınma		
			Təkrarlıq	Yenidən istehsal	
			Tamamilə mq/l	Tamamilə mq/l	Nisbi %
Üzvi olaraq bağlanmış fosforun iştirakı ilə indiqosulfanat	70	0.068 7	0.003 83	0.008 32	12.0
Üzvi olaraq bağlanmış fosforun iştirakı ilə flüroqlüsin	58	0.438 1	0.012 8	0.036 9	8.4

Bibliografi ya

- [1] Şouvenberq, J. C. və Velinqs, I. *Anal. Chim. Acta*, **37**, 1967, s. 271-274.
- [2] Korolef, F. Fosforun müəyyən edilməsi. *Dəniz suyunun analiz üsulları*. Veynheym, Verlaq Şemi GmbH, 1977, və 2ci nəşr, 1983.

LAYIHƏ

ISO 6878:2004(E)

ICS 13.060.50

Price based on 21 pages

© ISO 2004 – Bütün hüquqlar qorunur

LAYIHƏ