

Beynəlxalq Standart

STANDARTLAŞDIRMA ÜZRƏ BEYNƏLXALQ TƏŞKİLAT

Birinci nəşr

1988-12-01

Suyun keyfiyyəti - Nitratın təyini -

III hissə:

Sulfosalisil turşusundan istifadə edərək spektrometrik üsul

Ön söz

ISO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı), milli standartlar orqanlarının (ISO üzv orqanları) qlobal bir federasiyasıdır. Beynəlxalq Standartların hazırlanması işi normal olaraq ISO texniki komitələri vasitəsilə aparılır. Texniki komitədə iştirak ilə maraqlanan hər bir üzv orqanın həmin komitədə təmsil olunmaq hüququ vardır. ISO ilə əlaqəli dövlət və qeyri-hökumət təşkilatları da bu işdə iştirak edirlər. ISO, elektrotexniki standartlaşdırmanın bütün məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexniki Komissiya (IEC) ilə sıx əməkdaşlıq edir.

Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilən Beynəlxalq Standartlar layihələri, ISO Şurası tərəfindən Beynəlxalq Standartlar olaraq qəbul edilməzdən əvvəl üzv orqanlara təsdiq üçün göndərilir. Onlar səs verən üzv orqanların ən azı 75 %-i tərəfindən ISO prosedurlarına uyğun olaraq təsdiqlənir.

ISO 7890-3 Beynəlxalq Standartı, ISO/TC 147 Texniki Komitəsi tərəfindən hazırlanmışdır - Su keyfiyyəti.

ISO 7890, Su keyfiyyəti - Nitratın təyin edilməsi ümumi başlığı altında aşağıdakı hissələrdən ibarətdir:

- 1-ci hissə: 2,6-Dimetilfenol spektrometrik metod
- 2-ci hissə: Distillədən sonra 4-florofenol spektrometrik metodu
- 3 -cü hissə: Sulfosalisil turşusundan istifadə edərək spektrometrik metodu

Əlavə A bu standartın ayrılmaz hissəsini təşkil edir.

Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı, 1988

İsveçrədə çap olunub

Suyun keyfiyyəti - Nitratın təyini -

III hissə:

Sulfosalisil turşusundan istifadə edərək spektrometrik üsul

1 Əhatə dairəsi

1.1 Maddənin müəyyən edilməsi

ISO 7890 -ın bu hissəsi suda nitrat ionunun təyini üçün bir üsul təyin edir.

1.2 Nümunənin növü

Metod çiy və içməli su nümunələrinə tətbiq üçün uyğundur.

1.3 Diapazon

0,2 mq/l ρ_N nitrat azotu konsentrasiyasına qədər maksimum test hissəsi 25 ml-dir. Kiçik test hissələri istifadə edərək diapazon yuxarıya doğru uzadıla bilər.

1.4 Aşkarlama limiti ¹⁾

Optiki ölçüsü 40 mm olan küvet və 25 ml nümunə həcmindən istifadə edərək aşkarlama limiti $\rho_N = 0,003$ ilə $0,013$ mq/l aralığında dəyişir.

1.5 Həssaslıq ¹⁾

25 ml həcmdə nümunə, 40 mm ölçülü küvet istifadə edərək $\rho_N = 0,2$ mq/l olan nitrat azotu konsentrasiyası, təxminən 0,68 vahid absorbsiya qabiliyyəti verir.

¹⁾ Böyük Britaniyanın dörd iştirakçısının iştirak etdiyi laboratoriyalararası testdən əldə edilən məlumatlar. Aşkarlama limiti, boşluğun qrup içərisindəki standart sapmasından 4,65 dəfə çox nəticə verdi.

1.6 Analizə mane olan amillər

Su nümunələrində tez-tez rast gəlinən bir sıra maddələr bu üsula mümkün müdaxilə üçün sınaqdan keçirilmişdir. Tam təcüratlar Əlavə A-da verilmişdir. Əsas potensial müdaxilələr Əlavə A-da göstəridiyi kimi xlorid, ortofosfat, maqnezium və manqandır (II).

Digər testlər göstərir ki, bu üsul, test hissəsinin absorbsiya düzəliş proseduruna riayət olunmaqla 150 mq/l Pt -ə qədər nümunə rənginə davam gətirir. (Bax 6.5.)

2 Prinsip

Sulfosalisilik turşunun (natrium salisilat və kükürd turşusu nümunəsinə əlavə olaraq əmələ gələn) nitratla reaksiyası və sonradan qələvi əlavə olunması nəticəsində yaranan sarı birləşmənin spektrometrik ölçülməsinə əsaslanır.

Kalsium və maqnezium duzlarının çöküntüsünün qarşısını almaq üçün qələvi ilə dinatrium dihidrogen etilenedinitrilotetraasetat (EDTANa₂) əlavə olunur. Nitritin müdaxiləsini aradan qaldırmaq üçün sodium azid əlavə olunur.

3 Reaktivlər

Təhlil zamanı yalnız tanınmış analitik dərəcəli reaktivlərdən istifadə edin və yalnız distillə edilmiş su və ya ekvivalent saflıqdakı sudan istifadə edin.

3.1 Sulfat turşusu, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$.

XƏBƏRDARLIQ - Bu reaktivdən istifadə edərkən gözlərin qorunması və qoruyucu geyim vacibdir.

3.2 Buzlu sirkə turşusu, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 17 \text{ mol/l}$, $\rho = 1.05 \text{ q/ml}$

XƏBƏRDARLIQ - Bu reaktivdən istifadə edərkən gözlərin qorunması və qoruyucu geyim vacibdir.

3.3 Qələvi məhlulu, $\rho_{\text{NaOH}} = 200 \text{ q/l}$

$\rho [(\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{-COONa})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 50 \text{ q/l}$

1L-lik ölçü kolbasında təxminən 800 ml suda 200 q \pm 2 q natrium hidroksid qranullarını diqqətlə həll edin. Üzərinə 50 q \pm 0,5 q dinatrium dihidrogen etilenedinitrilotetraasetat dihidrat (EDTANa₂) {[CH₂-N(CH₂COOH)CH₂-COONa]₂.2H₂O} əlavə edin və həll edin. Otaq temperaturuna qədər soyudun və ionsuzlaşdırılmış su ilə ölçü xəttinə çatdırın, polietilen qabda saxlayın. Bu reaktiv hər zaman sabit qalır.

XƏBƏRDARLIQ - Bu reaktivdən istifadə edərkən gözlərin qorunması və qoruyucu geyim vacibdir.

3.4 Sodium azid məhlulu, $\rho_{\text{NaN}_3}=0.5$ q/l

Təxminən 90 ml suda 0,05 q \pm 0,605 q natrium azidi diqqətlə həll edin və bir ölçmə silindrində su ilə 100 ml-ə qədər çatdırın. Şüşə qabda saxlayın. Bu reaktiv hər zaman sabit qalır.

XƏBƏRDARLIQ - Bu reaktiv insan tərəfindən udulduğu zaman çox zəhərlidir. Qatı reaktivlə turşular arasında təmas çox zəhərli qaz əmələ gətirir.

Qeyd - Sodium azid məhluluna alternativ olaraq sulfamic turşusu məhlulu - $\rho_{\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}}=0,75$ q/l istifadə edilə bilər.

3.5 Sodium salisilat məhlulu, $\rho_{\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{-COONa}}=10$ q/l

1 q \pm 0,1 q sodium salisilatı (HO-C₆H₄-COONa) 100 ml \pm 1 ml suda həll edin. Bir şüşə və ya polietilen qabda saxlayın. Hər analizdən öncə bu məhlulu yenidən hazırlayın.

3.6 Nitrat, Ehtiyat Standart məhlul, $\rho_{\text{N}}=1000$ mq/l

Təxminən 750 ml suda 7,215 q \pm 0,001 q kalium nitratı (əvvəlcədən 105°C-də ən azı 2 saat qurudulmuş) həll edin. 1 L-lik ölçülü kolbaya köçürün və həcmi su ilə doldurun.

Məhlulu şüşə qabda, 2 aydan çox saxlamaq olmaz.

3.7 Nitrat, Standart məhlul, $\rho_{\text{N}}=100$ mq/l

50 ml ehtiyat standart məhlulu (3.6) 500 ml-lik ölçülü kolbaya pipet ilə köçürün və su ilə işarəyə qədər doldurun. Məhlulu bir şüşə qabda 1 aydan çox olmayan müddətdə saxlayın.

38. Nitrat, işçi standart məhlul, $\rho_N=1$ mq/l

5 ml standart nitrat məhlulunu (3.7) bir işarəli 500 ml-lik ölçülü kolbaya pipet ilə köçürün. Su ilə ölçü xəttinə çatdırın. Hər istifadə üçün məhlulu yenidən hazırlayın.

4 Aparat

Adi laboratoriya aparatları və

4.1 Spektrometr, 415 nm dalğa uzunluğunda işləyə bilən və 40 mm və ya 50 mm optik yol hüceyrələri ilə təchiz edilmiş spektrometr.

4.2 Buxarlanan qablar, tutumu təxminən 50 ml. Qablar təzədirsə və ya müntəzəm olaraq istifadə edilmirsə, əvvəlcə su ilə yaxşıca yuyulmalı və 6.3.2 -ci maddənin ilk iki bəndində göstərilən prosedurdan keçirilməlidir.

4.3 Su hamamı - qaynar, ən az altı buxarlanan qab qəbul edə bilir (4.2)

4.4 Su hamamı, $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ə termostatik tənzimləmə qabiliyyətinə malikdir.

5 Nümunə götürmə və nümunələr

Laboratoriyada nümunələr şüşə qablarda toplanmalı və toplandıqdan sonra ən qısa zamanda təhlil edilməlidir. Nümunələrin $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ilə $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ arasında saxlanması bir çox nümunə növünə uyğun ola bilər, lakin bunu hər bir nümunə növü ilə təsdiqləmək üçün yoxlamalar aparılmalıdır.

6 Prosedur

XƏBƏRDARLIQ - Bu prosedur konsentratlaşdırılmış sulfat turşusu, sirkə turşusu, natrium hidrokسيد və natrium azid məhlullarının istifadəsini nəzərdə tutur. Bu reaktivlərdən istifadə edərkən gözlərin qorunması və qoruyucu geyimlər vacibdir. Heç vaxt pipetləmə zamanı ağızdan istifadə etməyin.

6.1 Test hissəsi

$\rho_N = 0,2$ mq/l -ə qədər nitrat konsentrasiyasını təyin etmək üçün istifadə olunan maksimum nümunə həcmi 25 ml-dir. Daha yüksək nitrat konsentrasiyalarını təmin etmək üçün daha kiçik test hissələrindən istifadə edin. Test hissəsini götürmədən əvvəl tərkibində asılı maddə olan laboratoriya nümunələrinin çökməsinə icazə verin, onları santrifuqa edin və ya yuyulmuş şüşə lifli filtdən

keçirin. Test hissəsini götürmədən əvvəl pH-ı 8 -dən yuxarı olan nümunələri sirkə turşusu (3.2) ilə neytrallaşdırın.

6.2 Boş test

Təyinatla paralel olaraq boş bir test aparın, test hissəsi əvəzinə 5,00 ml \pm 0,05 ml su istifadə edin. Ölçülən absorbans A_b vahidləri olmalıdır.

6.3 Kalibrləmə

6.3.1 Kalibrləmə həlləri dəstinin hazırlanması

Bir sıra təmiz 50 ml-lik buxarlanan qablara (4.2), pipetlə 1, 2, 3, 4 və 5 ml işlək standart nitrat məhlulunu (3.8) əlavə edin. $m(N) = 1, 2, 3, 4$ və 5 μg nitrat miqdarına uyğundur.

6.3.2 Rəngin alınması

Üzərinə 0,5 ml \pm 0,005 ml natrium azid məhlulu (3.4) və 0,2 ml \pm 0,002 ml sirkə turşusu (3.2) əlavə edin. Ən azı 5 dəqiqə gözləyin və sonra qarışığı qaynar su hamamında quruyana qədər buxarladın (4.3). 1 ml \pm 0,01 ml natrium salisilat məhlulu (3.5) əlavə edin, yaxşıca qarışdırın və qarışığı yenidən quruyana qədər buxarlandırın. Qabı su hamamından çıxarın və qabın otaq temperaturuna qədər soyumasına icazə verin.

1 ml \pm 0,01 ml sulfat turşusu (3.1) əlavə edin və qalıqları qabda yumşaq bir şəkildə qarışdıraraq həll edin. Qarışığın təxminən 10 dəqiqə sabit qalmasına icazə verin. Sonra 10 ml \pm 0,1 ml su və sonra 10 ml \pm 0,1 ml qələvi məhlulu əlavə edin (3.3).

Qarışığı bir işarəli 25 ml həcmli bir qaba köçürün, lakin işarəyə qədər doldurmayın. Şüşəni su vannasında (4.4) $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ -də 10 dəq \pm 2 dəq qoyun. Sonra başlığı çıxarın və su ilə işarəyə qədər doldurun.

6.3.3 Spektrometrik ölçülər

Bir istinad olaraq distillə edilmiş suya qarşı 40 mm və ya 50 mm optik yol uzunluqlu hüceyrələrdə 415 nm-də məhlulun optiki sıxlığını ölçün. Ölçülən optiki sıxlığını A_s vahidi olmalıdır.

Qeyd - Testlər rəngli məhlulların absorbansının ən az 24 saat sabit qaldığını göstərmişdir.

6.3.4 Kalibrləmə qrafikinə qurulması

Kalibrləmə məhlullarının hər birinin optiki sıxlığından boş məhlulun optiki sıxlığını çıxın və nitrat kütləsinə qarşı $m(N)$ μg nisbətində absorbansın kalibrləmə qrafikini

t rtib edin. Qrafikin xətti olduđunu v  bařlanđırc n qt sindən ke diyini yoxlayın.  ks t qdir d , kalibrl m  t krarlanır.

6.4 T yinat

V ml h cmli se ilmiř test hiss sini (6.1) pipetl  b l n, $m(N) = 1 \mu\text{g}$ v  $5 \mu\text{g}$ arasında olan nitrat azot k tl sini ki ik bir buxarlanan qaba (4.2)  lav  edin. Sonra 6.3.2 v  6.3.3 -d  olduđu kimi davam edin.

6.5 Test  c n hiss  absorbsiya d z liři

Test hiss sinin analitik dalđa uzunluđunda optiki sıxlıđı bilinirs  v  ya m daxil  edildiyindən ř bh l nilirs  (y ks k r ngli n mun l rd  ortaya  ıxa bil r), 6.3.2 v  6.3.3 -c  b ndl rd  g st ril n  m liyyatları dublikat test hiss sində edin, lakin natrium salisilat m hlulu  lav  etməyin.  l c l n absorbans A_t vahidd  olmalıdır.

7 N tic l rin ifadəsi

7.1 Hesablama metodu

Test hiss sindəki nitratın absorbsiya qabiliyy tini hesablayın - A_r , t nlik:

$$A_r = A_s - A_b$$

v  ya n mun nin absorbsiyası  c n bir d z liř edildikd , t nlik:

$$A_r = A_s - A_b - A_t$$

H r iki t nlikd , A_s , A_b v  A_t , uyđun olaraq n mun , boř v  absorbsanslara d z liř  istinad edir (bax 6.2, 6.3.3 v  6.5).

Kalibrl m  qrafikindən (6.3.4) $m(N)$ nitrat k tl sini A_r absorbans d y rin  uyđun mikroqramlarla oxuyun.

N mun d ki nitrat miqdarı - ρ_N , h r litr  c n milliqramlarla ařađıdakı formul il  verilir:

$$\frac{m(N)}{V}$$

burada V, test hiss sinin millilitrl rl  h cmidir.

C dv l 1.  evrilme c dv li

Nitrat	$c(\text{NO}_3)$	ρ_{NO_3}	ρ_{N}
	mmol/l	mg/l	mg/l
$c(\text{NO}_3) = 1 \text{ mmol/l}$	1	62	14,01
$\rho_{\text{NO}_3} = 1 \text{ mg/l}$	0,016 1	1	0,226
$\rho_{\text{N}} = 1 \text{ mg/l}$	0,071 4	4,427	1

7.2 Təkrarlanma və təkrar istehsal ¹⁾

Təkrarlanma və təkrar istehsal standart sapmaları Cədvəl 2 -də göstərilmişdir.

- 1) Böyük Britaniyada dörd iştirakçının iştirak etdiyi laboratoriyalararası testdən əldə edilən məlumatlar

8 Test hesabatı

Test hesabatında aşağıdakı məlumatlar olmalıdır

- ISO 7890 -ın bu hissəsinə istinad;
- nümunənin dəqiq identifikasiyası;
- analizdən əvvəl laboratoriya nümunəsinin saxlanması təfərrüatları;
- bu metoddan istifadə edərkən laboratoriyanın əldə etdiyi təkrarlanabilirlik bəyanatı;
- ρ_{N} olaraq ifadə olunan nəticə (hər litr üçün milliqramla) və ya ρ_{NO_3} (hər litr üçün milliqramla) və ya $c(\text{NO}_3)$ olaraq (hər litr üçün millimolla);
- standart prosedurdan hər hansı bir sapma və ya digər nəticəyə təsir edə biləcək hallar.

Cədvəl 2 - Təkrarlanma və təkrar istehsal üçün standart sapma

Nümunə	Nitrat tərkibi mg/l	Test hissəsinin həcmi ml	Standart sapma *) Təkrarlanma mg/l	Təkrar istehsal mg/l
Standart Həll (boş)	0.00	25	0.001-0.005	-
Standart Həll	0.20	25	0.003-0.011	0.005-0.011
Çay suyu	4.40	1.0	0.07-0.22	0.07-0.48
Çay suyu	9.18	0.5	0.13-0.54	0.16-0.98
Çay suyu	10.0	0.5	0.06-0.09	0.06-0.12

*) Ən yüksək və ən aşağı dəyərlər. Bütün dəyərlərin 9 sərbəstliyi dərəcəsi var.

Əlavə A (normativ)
Bu üsula digər maddələrin təsiri ¹⁾

1) Böyük Britaniyadan məlumatlar.

Digər maddə (möterizədə olan maddə baxımından ifadə olunur)	25 ml test hissəsindəki digər maddənin miqdarı µg	25 ml test hissəsində digər maddənin µg N təsiri	
		m(N)=0.00 µg	m(N)=5.00 µg
Natrium xlorid (Cl ⁻)	10 000	+0.03	-0.73
Natrium xlorid (Cl ⁻)	2 000	+0.01	-0.16
Natrium hidrokarbonat (HCO ₃ ⁻)	10 000	-0.02	-0.52
Natrium hidrokarbonat (HCO ₃ ⁻)	2 000	-0.03	-0.18
Natriumsulfat (SO ₄ ²⁻)	10 000	+0.04	+0.16
Natrium ortofosfat (PO ₄ ³⁻)	1 000	+0.30	-0.73
Natrium ortofosfat (PO ₄ ³⁻)	100	+0.11	+0.17
Natrium silikat (SiO ₂)	250	+0.15	+0.30
Kalsium xlorid (Ca)	5 000	+0.23	+0.38
Kalsium xlorid (Ca)	2 500	+0.02	-0.14
Maqnezium asetat (Mg)	5 000	+0.14	+0.29
Maqnezium asetat (Mg)	2 500	-0.05	+0.12
Dəmir (III) sulfat (Fe)	20	+0.08	-0.02
Manqan (II) sulfat (Mn)	20	+0.92	+0.99
Manqan (II) sulfat (Mn)	5	+0.05	+0.13
Sink sulfat (Zn)	20	-0.02	+0.07
Mis sulfat (Cu)	20	+0.03	+0.19
Qurğuşun sulfat (Pb)	20	+0.02	+0.07
Alminium sulfat (Al)	20	0.00	-0.02
Kalium fluorid (F ⁻)	20	-0.07	-0.06
Ammonium xlorid (NH ₃ ^{-N})	500	-0.12	-0.17
Kalium sianid (CN)	20	+0.15	+0.01
Karbamid CO(NH ₂) ₂	50	+0.04	+0.13

Digər maddə müdaxilə etməsəydi, gözlənilən təsirlər (95 %) olacaqdı.