

Beynəlxalq Standart



Su keyfiyyəti — Ammoniumun müəyyən edilməsi — Distilləmə və titrləmə metodu

İlk nəşr — 15-05-1984

UDC 543.342 : 543.24

Istinad. No. İSO 5664-1984 (E)

☉

Açar sözlər: su, testlər, tərkibin müəyyənləşdirilməsi, ammonium ionu, distillə metodu, titrləmə.

☉

Qiymət 3 səhifəyə
əsaslanır

Önsöz

İSO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı) milli standard təşkilatlarının qlobal federasiyasıdır. İnkişaf etməkdə olan Beynəlxalq Standartların işi İSO texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitənin səlahiyyətəndirildiyi hər hansı bir məsələ ilə bağlı maraqlı olan üzv təşkilatın bu komitədə təmsil olunmaq hüququ var. Beynəlxalq təşkilatlar, hökumət və qeyri-hökumət təşkilatları, İSO ilə əlaqədar olan təşkilatlar da bu işdə iştirak edir.

Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilmiş Beynəlxalq Standartlar layihələri İSO Şurası tərəfindən Beynəlxalq Standartlar kimi qəbul edilməzdən öncə təsdiq üçün üzv təşkilatlara göndərilir.

İSO 5664 Beynəlxalq Standartı İSO/TC 147 Su keyfiyyəti Texniki Komitəsi tərəfindən hazırlanıb və 1982-ci ilin dekabrında üzv təşkilatlara göndərilib.

Bu aşağıdakı ölkələrin üzv təşkilatları tərəfindən təsdiqlənib:

Avstraliya	Fransa	Yeni Zelandiya
Avstriya	Macarıstan	Polşa
Belçika	Hindistan	Rumıniya
Brazill	İran	Cənubi Afrika Res.
Kanada	İraq	İspaniya
Çin	İtaliya	İsveç
Çexoslovakiya	Yaponiya	İsveçrə
Danimarka	Koreya Xalq Demok. Res.	Tayland
Misir, Ərəb Res.	Meksika	Birləşmiş Krallıq
Finlandiya	Niderland	SSRİ

Aşağıdakı ölkənin üzv təşkilatı texniki səbəblərdən bu sənədi təsdiqləməyib:

Almaniya Fed. Resp.

Su keyfiyyəti - Distilləmə və titrləmə metodu ilə Ammoniumun ionunun təyini

1 Miqyas

Beynəlxalq Standart distilləmə və titrləmə metodunu ilə xam, içməli və çirkab sularında ammonium ionunu təyin edir.

2 Tətbiq sahəsi

2.1 Ölçmə

Sınaq nümunəsində 10 mq-a qədər ammonium azot tərkibi müəyyən edilə bilər. 10 ml sınaq porsiyasını istifadə edilsə, bu $p_N = 1000$ mq/l-a qədər nümunə konsentrasiyasına uyğun gəlir.

2.2 Aşkarlama limiti

250 ml sınaq nümunəsində istifadə edildikdə, praktiki olaraq müəyyən edilən aşkarlama limiti (sərbəstlik 4 dərəcəsi) $C_N = 0,2$ mq/l-ə bərabər olur.

2.3 Həssaslıq

100 ml nümunə istifadə edildikdə, 1,0 ml 0,02 mol/l xlorid turşusunun $C_N = 2,8$ mq/l-ə bərabərdir.

2.4 Qarışıqlar

Ən əhəmiyyətli analizə müdaxilə edən karbamiddir. Nəticədə əsas mümkün qarışıq ammonyak kimi distillə olunur və beləliklə, yüksək nəticələrə səbəb olur. Əlavə təsirlər aminlər tərəfindən də ola bilər, titrləmə zamanı distillə olunan turşu ilə reaksiyaya girərək, yüksək nəticələrə səbəb olur. Xlorlu su nümunələrində mövcud olan xloraminlər bu üsulla müəyyən edilir.

3 Prinsip

Nümunənin pH-ı 6,0-7,4 arasında tənzimlənməlidir. Orta qələvi mühitin hazırlanması üçün maqnezium oksid əlavə edilməlidir, arınmış ammonyakın distilləsi və bor turşusu məhlulu ehtiva edən qəbuledici kolbada toplanmasıdır. Ammoniumun bor turşusu/indikator məhlul istifadə edərək standart həcmli turşu məhlulu ilə distillatda titrlənməsidir.

4 Reagentlər

Təhlil zamanı tanınmış analitik dərəcəsi olan reaktivlərdən və 4.1-də təsvir edilmiş kimi hazırlanan susdan istifadə edin.

4.1 Ammoniumsuz su aşağıdakı üsullardan biri ilə hazırlanır.

4.1.1 İonların mübadiləsi üsulu

Distillə edilmiş suyu güclü turşulu kation sütunundan keçirin, qətranı əlavə edin (hidrogen formasında) və süzülən maddəni şüşə stəkan yığın tam oturan şüşə tıxacla bağlayın. Saxlama məqsədi üçün məhlulun hər litrinə eyni qətranın təxminən 10 q-nı əlavə edin.

4.1.2 Distillə üsulu

1000 ± 10 ml distillə edilmiş suya $0,10 + 0,01$ ml qatı sulfat turşusu ($p = 1,84$ g/ml) əlavə edilir, şüşə aparatda distillə prosesi gedir. İlk 50 ml distillatı atın və sonra distillatı yaxşı oturan şüşə tıxacı olan şüşə bir qabda toplayın. Toplanan distillatın hər litrinə təxminən 10 q güclü turşu, kation mübadiləsi qətranı (hidrogen şəklində) əlavə edin.

4.2 Xlorid turşusu. $p = 1,18$ g/ml.

4.3 **Xlorid turşusu**, standart həcmli məhlul, $c/\text{HCl} = 0,10$ mol/l.

Bu məhlulu xlorid turşusunu durulaşdırmaqla (seyrəltməklə) hazırlayın. (4.2). Normal analitik prosedurlarla standartlaşdırın. Alternativ olaraq, zəmanətli konsentrasiyanın satışda olan məhlullarından istifadə edilə bilər.

4.4 **Xlorid turşusu**, standart həcmli məhlul, $c(\text{HCl}) = 0,02$ mol/l.

Bu məhlulu xlorid turşusunu durulaşdırmaqla (seyrəltməklə) hazırlayın. (4.2). Normal analitik prosedurlarla standartlaşdırın. Alternativ olaraq, zəmanətli konsentrasiyanın satışda olan məhlullarından və ya standart həcmli xlorid turşusunun (4.3) həll edilmiş məhlulu istifadə edilə bilər.

4.5 Bor turşusu/indikator, məhlul.

4.5.1 $0,5 + 0,1$ qr qırmızı metili təxminən 800 ml distillə suyunda həll edin və 1 litrə çatana qədər maye əlavə edin.

4.5.2 $1,5 + 0,1$ qr mavi metili təxminən 800 ml distillə suyunda həll edin və 1 litrə çatana qədər maye əlavə edin.

4.5.3 20 ± 1 qr bor turşusunu (H_3BO_3) isti suda həll edin. Otaq temperaturuna gətirənə qədər soyudun. Üzünə $10 \pm 0,5$ ml metil qırmızı məhlulu (4.5.1) və $2,0 + 0,1$ ml metilen mavi məhlulu (4.5.2) əlavə edin və 1 litrə çatana qədər maye əlavə edin.

4.6 Bromotimol mavi, 0,5 q/l göstərici məhlulu.

$0,5 \pm 0,02$ q bromotimol mavi suda həll edin və 1 litrə çatana qədər seyrəldin.

4.7 Xlorid turşusu. 1 % (P/ W məhlulu.

10 ± 1 ml xlorid turşusunu (4.2) 1 litrə distillə suyu ilə çətdirin.

4.8 Natrium hidroksid məhlulu, 1 mol/l.

Təxminən 500 ml suda 40 ± 2 q natrium hidroksidi həll edin. Otaq temperaturuna qədər soyudun və 1 litrə çətdirin.

4.9 Yüngül maqnezium oksidi, karbonatsız.

Karbonatı çıxarmaq üçün maqnezium oksidi $500^\circ C$ -də qızdırın.

4.10 Zərbəyə davamlı qranullar.

4.11 Köpük əleyhinə vasitə, məsələn parafin mumu çipləri.

5 Aparatlar

Adi laboratoriya aparatları və

Distillə aparatları. 800-1000 ml tutumlu distillə qabı, sıçrama əleyhinə başlığa bərkidilmiş və çıxış uducu məhlula batırıla biləcək şəkildə qurulmuş şaquli kondensatordan ibarətdir.

DİSTİLLƏ APARATININ İLK TƏMİZLİYİ ÜZRƏ QEYD

Aparat bir neçə gündən artıq istifadəsiz qaldıqda b7.2.2 proseduru həyata keçirin.

Təxminən 350 ml amonyumsuz suyu (4.1) damıtma qabına qoyun. Bir neçə zərbəyə davamlı qranul əlavə edin (4.10), cihazı qoşun və ən az 100 ml su toplanana qədər distillə edin. Distillə və qalıqları distillə qabına yığın.

6 Nümunə götürmə və nümunələr

Laboratoriya nümunələri polietilen və ya şüşə qablarda toplanmalıdır. Onlar mümkün qədər tez analiz edilməli və ya analiz olunana qədər 2 ilə $5^\circ C$ arasında saxlanılmalıdır. Sulfat turşusu ilə $< pH$ 2-ə qədər olan turşulayın, turşulama hər hansı bir atmosfer ammonyakının udulması ilə nümunənin mümkün çirklənməsinin qarşısı almaq şərti ilə, qorunmaya köməkçi olaraq da istifadə edilə bilər.

7 Prosedur

7.1 Test ediləcək hissənin həcmi seçilməsi

Nümunənin təqribən ammonium miqdarı məlumdursa, cədvəl 1 -ə uyğun olaraq test hissəsinin həcmi seçin.

Table 1

Ammonium konsentrasiyası. ρ_N mg/l	Nümunənin həcmi “ ml
10-a qədər	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

Titrləmə üçün standart həcmli xlorid turşusu (4.3) istifadə edildikdə.

7.2 Həll etmə

7.2.1 50 ± 5 ml bor turşusu/indikator məhlulu (4.5) distillə aparatının qəbuledici kolbasına köçürün. Kondensatorun çətdirilmə ucunun bor turşusu məhlulunun səthinin altında olduğundan əmin olun. Test hissəsinin seçilmiş həcmi (bax. 7.1) distillə qabına uyğun ölçün.

Qeyd - Test hissəsində xlor varsa, onu çıxarmaq üçün bir neçə kiçik natrium tiosulfat kristal əlavə edilməlidir.

Bir neçə damla bromotimol mavi indikator məhlulu əlavə edin (4.6) və lazım gələrsə, natrium hidroksid məhlulundan (4.8) istifadə edərək pH-ı 6,0 (göstərici sarı) ilə 7,4 (mavi göstərici) aralığına uyğunlaşdırın. və ya xlorid turşusu (4.7) uyğun olaraq. Sonra distillə kolbasındakı ümumi həcmi təxminən 350 ml-ə amonyumsuz su ilə çətdirin (4.1).

Distillə qabına $0,25 + 0,05$ q yüngül maqnezium oksidi (4.9) və bir neçə zərbə əleyhinə qranul (4.10) əlavə edin. [Bəzi tullantı su nümunələri ilə köpük əleyhinə agentin (4.11) əlavə edilməsi lazım ola bilər.] Dərhal damıtma qabını aparata bağlayın.

Damıtma qabını elə qızdırın ki, distillə təxminən 10 ml/dəq sürətlə toplansın. Təxminən 200 ml toplandıqda distillə etməyi dayandırın.

Standart həcmli xlorid turşusu (4.4) istifadə edərək distillatı bənövşəyi son nöqtəyə titrləyin və istifadə olunan həcmi qeyd edin.

QEYDLƏR

- Standart həcmli xlorid turşusu (4.3) yüksək ammonium tərkibli nümunələrdən distillatların titrlənməsi üçün istifadə oluna bilər.
- Ammonyak qəbuledici kolba distillə edildiyi üçün titrlənə bilər. Bu şəkildə ammonyak uzunmüddətli yığılması aşkar edilərsə, ammonyak verən, yavaş hidrolizə məruz qalan müdaxilə edən maddələrin olduğunu göstərir.

7.3 Blank test

7.2-də göstərilirdiyi kimi davam edərək blank test aparın, lakin nümunə həcmi təxminən 250 ml ammoniumsuz su ilə əvəz edin (4.1).

8 Nəticələrin ifadə edilməsi

8.1 Hesablama metodu

Ammonium azot konsentrasiyası, pN, litr başına milliqramla ifadə edilir, tənlik ilə verilir

$$C_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14,01 \times 1\,000$$

Harada ki

V_0 götürülən nümunənin test millilitrlə ölçüsüdür (bax 7.1)

V_1 titrləmə zamanı istifadə olunan standart həcmli xlorid turşusunun millilitrlərlə ölçüsüdür;

V_2 blank nümunəsinə titrləmə üçün istifadə olunan standart həcmli xlorid turşusunun millilitrlərlə ölçüsüdür (bax 7.3)

c- titrləmə üçün istifadə olunan xlorid turşusunun litrə düşən dəqiq konsentrasiyasıdır;

14,01- atom kütləsi, mol başına azotun qramıdır.

Analiz nəticəsi azot, C_N , ammonyak, C_{NH_3} və ya ammonium ionu konsentrasiyası kimi ifadə edilə bilər.

Nəticələr ammonium ionu, $C_{NH_4^+}$ mq/l və ya $\mu\text{mol/l}$ ifadə oluna bilər. Uyğun çevirmə faktorları Cədvəl 2 -də verilmişdir.

Table 2

	C_N	C_{NH_3}	$C_{NH_4^+}$	$C(NH_4^+)$
	mg/l	mg/l	mg/l	$\mu\text{mol/l}$
$C_N = 1\text{mg/l}$	1	1,216	1,288	71,4
$C_{NH_3} = 1\text{mg/l}$	0,823	1	1,059	58,7
$C_{NH_4^+} = 1\text{mg/l}$	0,777	0,944	1	55,4
$C(NH_4^+) = 1\ \mu\text{mol/l}$	0,014	0,017	0,018	1

Nümunə:

1 mq/l ammonium ion konsentrasiyası $C_{NH_4^+}$ 0,777 mq/l azot konsentrasiyasına uyğundur.

8.2 Təkrarlanabilirlik

Cədvəl 3 -də göstərilirdiyi kimi təkrar istehsal standart yayınmaları müəyyən edilmişdir.

Cədvəl 3*

Nümunə	Ammonium tərkibi, IN	Sınaq porsiyasının həcmi	Standartdan –kənaraçıxma	Azadlığın dərəcələri
	mq/l	ml	mq/l	
Standart məhlul	4.0	250	0,23	10
Standart məhlul	40	250	0,56	11
Çirkli kanalizasiya suyu	35	100	0,70	16
Kanalizasiya axınları	1,8	25	0,16	11

* Birləşmiş Krallıqdan məlumat.

9 Sınaq hesabatı

Sınaq hesabatına aşağıdakı məlumatlar daxil ediləcək:

- Bu Beynəlxalq standartlara istinad;
- Nümunənin tam müəyyənləşdirilməsi üçün tələb olunan bütün təfərrüatlar;
- Laboratoriya nümunəsinin təhlildən əvvəl saxlanması və qorunması ilə bağlı detallar;
- Bu metodun istifadəsi zamanı laboratoriyanın arxivləşdirdiyi təkrarlanabilmə bəyanatı;
- İstifadə olunmuş ifadənin nəticəsi və üsulu;
- Beynəlxalq Standartlarda müəyyən edilən prosedurdan hər hansı kənara çıxmanın təfərrüatları və ya nəticəyə təsir edə biləcək digər hallar.