

---

**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды  
(Росгидромет)**

---

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

**РД  
52.24.364–  
2023**

---

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ОБЩЕГО АЗОТА В ВОДАХ  
Методика измерений фотометрическим методом после  
окисления персульфатом калия**

Ростов-на-Дону  
2023

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.А. Андреев, канд. хим. наук (руководитель разработки), Е.С. Килейнова (ответственный исполнитель)

3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 25.01.2023;

- с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 01.02.2023

4 УТВЕРЖДЁН И ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 07.02.2023 № 83

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ГХИ».

Свидетельство об аттестации методики измерений № 364.RA.RU.311345–2023 от 06.04.2023

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации ФГБУ «НПО «Тайфун» 06.02.2023.

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА

РД 52.24.364– 2023

Внесена в Федеральный реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, номер ФР.1.31.2023.45797

7 ВЗАМЕН РД 52.24.364–2007 «Массовая концентрация общего азота в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом после окисления персульфатом калия»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2031 год.

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 7 лет

## Содержание

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Требования к показателям точности измерений .....	4
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам .....	5
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства .....	5
4.2 Реактивы и материалы .....	8
4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для получения кадмия металлического омеднённого .....	9
4.4 Дополнительное оборудование и реактивы для получения деионированной воды .....	9
5 Метод измерений .....	10
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды .....	10
7 Требования к квалификации операторов .....	11
8 Требования к условиям измерений .....	11
9 Подготовка к выполнению измерений .....	11
9.1 Отбор и хранение проб .....	11
9.2 Приготовление растворов .....	12
9.3 Подготовка водно-глицериновой бани для измерений по варианту 1 .....	16
9.4 Подготовка кадмиевого редуктора .....	16
9.5 Приготовление градуировочного раствора .....	18
9.6 Установление градуировочной зависимости .....	18
9.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики .....	19
10 Порядок выполнения измерений .....	20
10.1 Порядок выполнения измерений по варианту 1 .....	20
10.2 Порядок выполнения измерений по варианту 2 .....	22
11 Обработка результатов измерений .....	24
12 Оформление результатов измерений .....	25
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории .....	26
13.1 Общие положения .....	26
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости .....	26
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок .....	27
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости .....	28
Приложение А (обязательное) Получение деионированной воды .....	29
Приложение Б (обязательное) Перекристаллизация персульфата калия .....	33

**РД 52.24.364–2023**

Приложение В (обязательное) Получение кадмия металлического омеднённого .....	34
Приложение Г (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованного раствора АР1-Н для установления градуировочной характеристики приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации общего азота фотометрическим методом .....	37
Библиография.....	44

## Введение

Азот – один из основных биогенных элементов, являющихся незаменимыми составными частями тканей любого живого организма.

В природных водах азот присутствует в виде двух основных групп – азота неорганических соединений и азота, входящего в состав органических веществ. В воде также имеется растворённый молекулярный азот, но, количество его незначительно.

Неорганические соединения азота – нитриты, нитраты и ионы аммония – присутствуют в водах главным образом в растворённом виде. Органические азотсодержащие вещества в значительной степени могут находиться в виде взвешенных и коллоидных форм. Состав органических соединений азота, присутствующих в водах, весьма разнообразен (простые и сложные белки, аминокислоты, амины, амиды, мочевины и др.).

Содержание общего азота в незагрязнённых природных водах зависит от степени трофности водоёма. В олиготрофных водоёмах концентрация азота составляет от 0,3 до 0,7 мг/дм<sup>3</sup>, мезотрофных – от 0,7 до 1,3 мг/дм<sup>3</sup>, эвтрофных – от 0,8 до 2,0 мг/дм<sup>3</sup> и более.

Источниками поступления азота в природные воды являются: разложение клеток отмерших организмов, прижизненные выделения гидробионтов, атмосферные осадки, фиксация из воздуха в результате жизнедеятельности азотфиксирующих бактерий. Значительное количество азота может попадать в водоёмы с бытовыми, сельскохозяйственными и промышленными сточными водами.

Понижение содержания соединений азота в водоёмах связано, в основном, с потреблением их водными растениями. Некоторую роль в этом процессе играет денитрификация, т.е. перевод связанного азота в свободное состояние.

Содержание азота в природных водах является одним из показателей санитарного состояния водоёма. Значительное повышение концентрации азота приводит к эвтрофикации водного объекта и ухудшению качества воды. Состав и соотношение минеральных и органических форм азота указывает на направление и интенсивность биологических и биохимических процессов, протекающих в водоёме, в том числе процессов самоочищения. Эта информация может быть использована не только для оценки качества воды, но при решении других вопросов, например, в установлении взаимосвязи между процессами жизнедеятельности водных организмов и химическим составом воды.



**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ****МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ОБЩЕГО АЗОТА В ВОДАХ  
Методика измерений фотометрическим методом после  
окисления персульфатом калия**

Дата введения – 2024–03–01

**1 Область применения**

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации общего азота в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом после окисления персульфатом калия в диапазоне от 0,05 до 10,0 мг/дм<sup>3</sup> (вариант 1) и в диапазоне от 0,05 до 50 мг/дм<sup>3</sup> (вариант 2).

Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05–85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4146–74 Реактивы. Калий надсерноокислый. Технические условия

ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь (II) серноокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4197–74 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия

## РД 52.24.364–2023

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217–77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4456–75 Реактивы. Кадмий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 5821–78 Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия

ГОСТ 6691–77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 8711–93 Приборы аналоговые показывающие электроизмерительные прямого действия и вспомогательные части к ним. Часть 2. Особые требования к амперметрам и вольтметрам

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10652–73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20298–74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 20301–74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

ГОСТ 22056–76 Трубки электроизоляционные из фторопласта 4Д и 4ДМ. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29224–91 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 52501–2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59024–2020 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

РД 52.24.380–2017 Массовая концентрация нитратного азота в водах. Методика измерений фотометрическим методом с реактивом Грисса после восстановления в кадмиевом редуторе

РД 52.24.381–2017 Массовая концентрация нитритного азота в водах. Методика измерений фотометрическим методом с реактивом Грисса

РД 52.24.383–2018 Массовая концентрация аммонийного азота в водах. Методика измерений фотометрическим методом в виде индофенолового синего

РД 52.24.486–2009 Массовая концентрация аммиака и ионов аммония в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с реактивом Несслера

РД 52.24.518–2008 Массовая концентрация нитритов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлоридом

РД 52.24.523–2009 Массовая концентрация нитратов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлоридом после восстановления в кадмиевом редуторе

РД 52.24.528–2012 Массовая концентрация нитратов в водах. Методика измерений фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлоридом после восстановления сульфатом гидразина

РД 52.24.530–2016 Массовая концентрация аммонийного азота в водах. Методика измерений фотометрическим методом в виде производных индофенола с салицилатным реагентом

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных нормативных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- нормативных документов по метрологии (МИ) – по ежегодно издаваемому «Перечню нормативных документов в области метрологии», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года;

- нормативных документов Росгидромета – по РД 52.18.5 и ежегодно издаваемому информационному указателю нормативных документов, опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

Если ссылочный нормативный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учётом всех внесённых в него изменений. Если заменён ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если ссылочный нормативный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведённых в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Диапазон измерений по варианту 1, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации общего азота	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости)	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости)	Показатель правильности (границы систематической погрешности)	Показатель точности (границы абсолютной погрешности)
$X$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\sigma_r$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\sigma_R$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\pm\Delta_c$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\pm\Delta$ , мг/дм <sup>3</sup>
От 0,05 до 10,0 включ.	$0,01 + 0,030 \cdot X$	$0,01 + 0,040 \cdot X$	$0,01 + 0,027 \cdot X$	$0,03 + 0,08 \cdot X$

Таблица 2 – Диапазон измерений по варианту 2, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации общего азота	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости)	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости)	Показатель правильности (границы систематической погрешности)	Показатель точности (границы абсолютной погрешности)
$X$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\sigma_r$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\sigma_R$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\pm\Delta_c$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\pm\Delta$ , мг/дм <sup>3</sup>
От 0,05 до 50 включ.	$0,003 + 0,02 \cdot X$	$0,006 + 0,035 \cdot X$	$0,02 + 0,03 \cdot X$	$0,025 + 0,08 \cdot X$

Предел обнаружения массовой концентрации общего азота фотометрическим методом после окисления персульфатом калия составляет 0,04 мг/дм<sup>3</sup>.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

## **4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам**

### **4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства**

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, ПЭ-5300, ПЭ-5400, Unico 1201 и др.).

4.1.2 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

4.1.3 Весы неавтоматического действия (лабораторные) высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,001 г или 0,01 г.

4.1.4 рН-метр или рН-метр-иономер любого типа с пределами допускаемой погрешности при измерении разности потенциалов не более  $\pm 3$  мВ в комплекте с электродом стеклянным (в том числе твердоконтактным) любого типа с погрешностью измерения, не превышающей  $\pm 0,1$  единиц рН, и электродом сравнения любого типа.

4.1.5 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224 с диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С и ценой деления не более 1 °С (для измерений по варианту 1).

4.1.6 Государственные стандартные образцы состава водных растворов общего азота ГСО 7193–95/7194–95 (далее – ГСО общего азота), индекс стандартного образца 8А-1, с относительной погрешностью аттестованного значения не более 1,0 %.

4.1.7 Государственный стандартный образец состава раствора нитрат-ионов ГСО 7258–96 или ГСО 7793–2000 (далее – ГСО нитратного азота) с относительной погрешностью аттестованного значения не более 1,0 %.

4.1.8 Государственный стандартный образец состава раствора нитрит-ионов ГСО 7479–98 или ГСО 7792–2000 (далее – ГСО нитритного азота) с относительной погрешностью аттестованного значения не более 1,0 %.

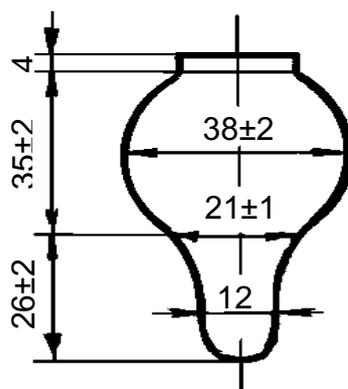
4.1.9 Колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2 или 2а по ГОСТ 1770, вместимостью: 50 см<sup>3</sup> – 8 шт. (для измерений по варианту 2), 100 см<sup>3</sup> – 8 шт. (для измерений по варианту 1), 100 см<sup>3</sup> – 5 шт. (для измерений по варианту 1 и 2), 500 см<sup>3</sup> – 1 шт. (для измерений по варианту 2), 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт. (для измерений по варианту 1 и 2).

4.1.10 Пипетки градуированные 2-го класса точности, типа 1 и 3, исполнения 1 и 2 по ГОСТ 29227, вместимостью: 1 см<sup>3</sup> – 4 шт., 2 см<sup>3</sup> – 4 шт., 5 см<sup>3</sup> – 3 шт., 10 см<sup>3</sup> – 2 шт.

4.1.11 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 29169, вместимостью: 5 см<sup>3</sup> – 3 шт., 10 см<sup>3</sup> – 1 шт., 20 см<sup>3</sup> – 1 шт.

4.1.12 Цилиндры мерные 2-го класса точности, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770, вместимостью: 25 см<sup>3</sup> – 2 шт., 50 см<sup>3</sup> – 3 шт., 100 см<sup>3</sup> – 2 шт., 500 см<sup>3</sup> – 1 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

4.1.13 Пробирки типа П1 или П2 ТС, диаметром 21 мм, высотой 200 мм по ГОСТ 25336 – 8 шт. и пробки-холодильники (рисунок 1) – 8 шт. (для измерений по варианту 1).



Размеры приведены в миллиметрах  
Рисунок 1 – Пробка-холодильник

4.1.14 Реакционные пробирки с наружным диаметром 16 мм, длиной 100 мм (далее – виалы) компании НАСН (кат. № 2275806), вместимостью 11 см<sup>3</sup> – 24 шт. и крышки для виал компании НАСН (кат. № 2241106) – 24 шт. (для измерений по варианту 2).

4.1.15 Колбы конические типа Кн исполнения 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 50 см<sup>3</sup> – 12 шт.

4.1.16 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью: 50 см<sup>3</sup> – 10 шт., 100 см<sup>3</sup> – 3 шт., 250 см<sup>3</sup> – 1 шт., 400 см<sup>3</sup> – 1 шт., 600 см<sup>3</sup> – 2 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

4.1.17 Редуктор (рисунок 2) или колонка кадмиевая для восстановления нитратов с аналогичными характеристиками.

4.1.18 Ступка номер 3 или 4 по ГОСТ 9147.

4.1.19 Пестик номер 1 или 2 по ГОСТ 9147.

4.1.20 Стаканчики для взвешивания (далее – бюксы) по ГОСТ 25336, типа: СВ-19/9 – 2 шт., СВ-24/10 – 1 шт., СВ-34/12 – 1 шт., СН 45/13 – 1 шт., СН-60/14 – 1 шт.

4.1.21 Воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336 диаметром: 36 мм – 8 шт., 75 мм – 1 шт.

4.1.22 Пробирка исполнения 1 или 2 по ГОСТ 1770, вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

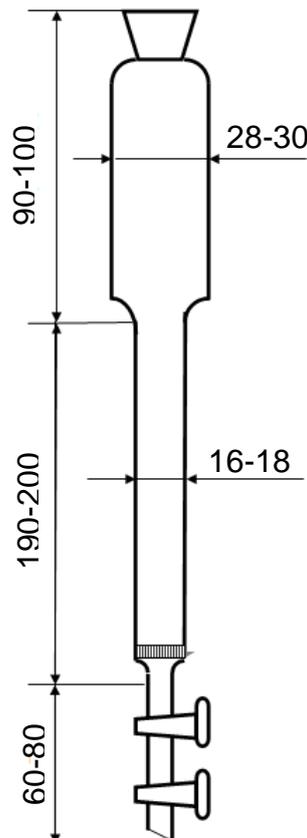
4.1.23 Слянка с тубусом исполнения 1, 2 или 3, по ГОСТ 25336 вместимостью 2 или 3 дм<sup>3</sup>.

4.1.24 Колба с тубусом (колба Бунзена) исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

4.1.25 Воронка фильтрующая ВФ исполнения 1 или 3 с пористой пластиной диаметром 60 или 90 мм (фильтр типа ФКП, класса ПОР 250 или ПОР 500) по ГОСТ 25336.

4.1.26 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336.

4.1.27 Чашка типа ЧБН исполнения 1 или 2 (чашка Петри) по ГОСТ 25336, диаметром 100 или 150 мм.



Размеры приведены в миллиметрах  
Рисунок 2 – Редуктор

4.1.28 Терморектор лабораторный «Термион» по [1], обеспечивающий температуру  $(104 \pm 1) ^\circ\text{C}$ , с точностью установки температуры  $\pm 2 ^\circ\text{C}$ , с точностью поддержания температуры  $\pm 0,5 ^\circ\text{C}$  и с диаметром отверстий нагревательной плиты/блока 17 мм или терморектор другого типа с аналогичными характеристиками.

4.1.29 Чашка типа ЧКЦ исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 2500 см<sup>3</sup>.

4.1.30 Посуда стеклянная (в том числе из тёмного стекла) и пластиковая для хранения проб и растворов реактивов вместимостью 0,10; 0,25; 0,5 и 1,0 дм<sup>3</sup>.

4.1.31 Палочки стеклянные.

4.1.32 Шпатель пластмассовый.

4.1.33 Промывалка.

4.1.34 Баня водно-глицериновая.

4.1.35 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.36 Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.37 Холодильник бытовой.

4.1.38 Насос вакуумный любого типа.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

## **4.2 Реактивы и материалы**

4.2.1 Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, ч.д.а. и L-лейцин по [2], ч. или имп., или соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Калий надсерноокислый (персульфат калия) по ГОСТ 4146, ч.д.а.

4.2.3 Калий азотнокислый (нитрат калия) по ГОСТ 4217, х.ч. (при отсутствии ГСО нитратного азота).

4.2.4 Натрий азотистокислый (нитрит натрия) по ГОСТ 4197, х.ч. (при отсутствии ГСО нитритного азота).

4.2.5 Аммоний хлористый (хлорид аммония) по ГОСТ 3773, ч.д.а.

4.2.6 Реактив Грисса по [3], ч.д.а., или кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821, ч.д.а., и 1-нафтиламин по [4], ч.д.а. (для измерений по варианту 1).

4.2.7 N-(1-Нафтил) этилендиамин дигидрохлорид, по [5] или импортный, ч.д.а. или ч. (для измерений по варианту 2).

4.2.8 Сульфаниламид импортный, ч.д.а. или стрептоцид (сульфаниламид), фармпрепарат по Р 64.228.232 (для измерений по варианту 2).

4.2.9 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328, ч.д.а.

4.2.10 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233, ч.д.а. или ч.

4.2.11 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.

4.2.12 Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

4.2.13 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.2.14 Кальция хлорид обезвоженный (кальций хлористый) по [6], ч.

4.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

4.2.16 Мембрана «Владипор» типа МФАС-ОС-2, 0,45 мкм, диаметр диска 47 мм по [7] (далее – мембранный фильтр) или другого типа с равноценными характеристиками.

4.2.17 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по [8].

4.2.18 Универсальная индикаторная бумага (рН от 0 до 12) по [9].

Примечание – Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией и характеристиками, не ниже указанных в 4.2.

### 4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для получения кадмия металлического омеднённого

4.3.1 Источник постоянного тока (выпрямитель) любого типа, позволяющий получить напряжение на ячейке 3 В при значении тока не менее 2 А.

4.3.2 Вольтметр постоянного тока по ГОСТ 8711, позволяющий измерить напряжение 3 В.

4.3.3 Амперметр постоянного тока по ГОСТ 8711, позволяющий измерить ток от 1 до 2 А.

4.3.4 Сосуд типа СЦ вместимостью 3,0 дм<sup>3</sup> или стакан Н исполнения 1, 2 диаметром не менее 150 мм вместимостью 3000 или 5000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

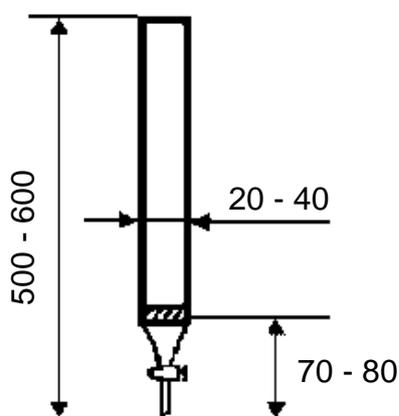
4.3.5 Кадмий в палочках по [10], ч.

4.3.6 Кадмий серноокислый (сульфат кадмия) по ГОСТ 4456, ч.д.а.

4.3.7 Медь (II) серноокислая, 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, ч.д.а.

### 4.4 Дополнительное оборудование и реактивы для получения деионированной воды

4.4.1 Колонки стеклянные длиной от 500 до 600 мм, диаметром от 20 до 40 мм с краном и пористой стеклянной пластиной (рисунок 3) или бюретки типа I, исполнения 1, любого класса точности, с прямым краном и прокладкой из стеклоткани по ГОСТ 29251 вместимостью 50 см<sup>3</sup> – 2 шт.



Размеры приведены в миллиметрах  
Рисунок 3 – Колонка

4.4.2 Штатив лабораторный любого типа.

4.4.3 Катионит сильноокислотный КУ-2-8-ЧС по ГОСТ 20298 или другой, равноценный по характеристикам.

4.4.4 Анионит сильноосновной АВ-17-8-ЧС по ГОСТ 20301 или другой, равноценный по характеристикам.

4.4.5 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233, х.ч.

4.4.6 Трубки электроизоляционные из фторопласта 4Д по ГОСТ 22056.

## **5 Метод измерений**

Измерение массовой концентрации общего азота основано на окислении азотсодержащих соединений персульфатом калия при нагревании в щелочной среде. Азот, содержащийся в органических и неорганических соединениях, в результате реакции переводится в нитраты, которые далее восстанавливают омеднённым металлическим кадмием до нитритов. Степень превращения органического азота в нитраты в основном составляет от 90 % до 100 %, за исключением соединений, содержащих азогруппы (-N=N-) или гидразогруппы (-N=NH). Степень окисления их до нитратов не превышает 40 %, а остальная часть превращается в свободный азот.

При измерении по варианту 1 нитриты далее определяют по реакции с реактивом Грисса фотометрическим методом. При измерении по варианту 2 нитриты далее определяют по цветной реакции с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)этилендиамин дигидрохлоридом.

Массовую концентрацию органического азота рассчитывают по разности между массовыми концентрациями общего азота и минерального (суммы азота нитратов, нитритов и аммонийного).

## **6 Требования безопасности, охраны окружающей среды**

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации общего азота в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Работу по получению и омеднению металлического кадмия следует проводить в резиновых перчатках.

6.5 Вредно действующие вещества подлежат сбору и регенерации или утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.6 Приготовление растворов кислот и щелочей следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

## 7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории не менее 1 года и освоивших методику.

## 8 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С .....  $22 \pm 5$ ;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) ..... от 84,0 до 106,7  
(от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более ..... 80.

В помещении, где проводится подготовка посуды для отбора проб и выполнение измерений, не допускается хранение растворов аммиака, аминов, азотной кислоты и их солей, а также не должны проводиться работы с ними.

## 9 Подготовка к выполнению измерений

### 9.1 Отбор и хранение проб

9.1.1 Отбор проб для определения массовой концентрации общего азота производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 59024. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 59024. Пробы отбирают в стеклянную посуду, предварительно ополоснув её два раза отбираемой водой. Объём отбираемой пробы не менее  $0,25 \text{ дм}^3$ .

9.1.2 Для определения общего азота растворённого, пробу сразу после отбора фильтруют через мембранный фильтр с размером пор  $0,45 \text{ мкм}$ . Мембранные фильтры перед использованием очищают трёхкратным кипячением в течение 15 мин в  $100 \text{ см}^3$  деионированной воды. Чистые фильтры хранят в плотно закрытом бьюксе. Первую порцию фильтрата отбрасывают. Для определения валового содержания общего азота отбирают нефильтрованную пробу.

9.1.3 Поскольку соединения азота биохимически неустойчивы, пробу анализируют в течение суток. Длительное хранение допустимо при замораживании пробы (в пластиковой посуде).

9.1.4 Допускается консервирование пробы раствором серной кислоты, 1:1, из расчёта 1 см<sup>3</sup> на каждые 0,25 дм<sup>3</sup> воды.

9.1.5 Законсервированные пробы хранят до выполнения анализа в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 5 сут.

## **9.2 Приготовление растворов**

### **9.2.1 Деионированная вода**

Деионированную воду получают в соответствии с приложением А.

Допускается проводить обработку дистиллированной воды с использованием систем получения воды для лабораторного анализа степени чистоты 1 или 2 по ГОСТ Р 52501 с использованием УФ-облучения любого типа в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

### **9.2.2 Раствор персульфата калия**

В стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> растворяют 4,0 г перекристаллизованного персульфата калия в 100 см<sup>3</sup> тёплой (не более 45 °С) деионированной воды. Раствор хранят в тёмной склянке при комнатной температуре не более 5 сут.

Очистка персульфата калия перекристаллизацией приведена в приложении Б.

### **9.2.3 Раствор гидроксида натрия, 1,5 моль/дм<sup>3</sup>**

В стакане вместимостью 400 см<sup>3</sup> растворяют 15 г гидроксида натрия в 250 см<sup>3</sup> деионированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой пластиковой посуде не более 1 мес.

### **9.2.4 Раствор соляной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>**

В стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 4,4 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой склянке не ограничен.

### **9.2.5 Раствор хлорида аммония, 5 г/дм<sup>3</sup>**

В стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 5 г хлорида аммония в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде не более 6 мес.

### **9.2.6 Раствор сульфаниловой кислоты**

В стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> растворяют в 300 см<sup>3</sup> 12 %-ного раствора уксусной кислоты 2,0 г сульфаниловой кислоты при

перемешивании. Для ускорения растворения стакан помещают в кристаллизационную чашу с горячей водой (температура воды не более 60 °С). Срок хранения в плотно закрытой тёмной склянке в холодильнике не более 2 мес.

### **9.2.7 Раствор реактива Грисса**

9.2.7.1 Для приготовления раствора реактива Грисса взвешивают 10 г сухого, растёртого в ступке до однородной массы готового реактива Грисса, и растворяют его в 100 см<sup>3</sup> 12 %-ного раствора уксусной кислоты. Раствор фильтруют через бумажный фильтр «белая лента». Срок хранения в плотно закрытой тёмной склянке в холодильнике не более 7 сут, при комнатной температуре – не более 2 сут.

9.2.7.2 Для приготовления раствора реактива Грисса из 1-нафтиламина и сульфаниловой кислоты, приготовленной по 9.2.6, в бюксе взвешивают 0,1 г 1-нафтиламина, растворяют его в 1 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, добавляют 150 см<sup>3</sup> 12 %-ного раствора уксусной кислоты, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр «белая лента». Срок хранения раствора в плотно закрытой тёмной склянке в холодильнике не более 1 мес.

Раствор реактива Грисса готовят, смешивая растворы сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина в объёмном соотношении 1:1. Раствор используют в день приготовления.

### **9.2.8 Раствор уксусной кислоты, 12 %-ный**

В стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> растворяют 60 см<sup>3</sup> уксусной кислоты в 440 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

### **9.2.9 Раствор N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлорида**

В стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> растворяют при перемешивании 0,5 г N-(1-нафтил)этилендиамина дигидрохлорида в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой тёмной склянке в холодильнике не более 6 мес.

### **9.2.10 Раствор сульфаниламида, 1 %-ный**

Взвешивают 5,0 г сульфаниламида, переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 50 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. После растворения и охлаждения общий объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закрытой тёмной склянке в холодильнике не более 6 мес.

### **9.2.11 Раствор серной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>**

В термостойком стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 2,8 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

### **9.2.12 Раствор серной кислоты, 0,025 моль/дм<sup>3</sup>**

В стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> смешивают 250 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, и 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

### **9.2.13 Раствор серной кислоты, 1:1**

В термостойком стакане вместимостью 200 см<sup>3</sup> к 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды осторожно при перемешивании приливают 50 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

### **9.2.14 Раствор гидроксида натрия, 10 %-ный**

В термостойком стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> растворяют 20 г гидроксида натрия в 180 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой пластиковой посуде не ограничен.

### **9.2.15 Кадмий металлический омеднённый**

Кадмий металлический омеднённый получают в соответствии с приложением В.

### **9.2.16 Раствор с массовой концентрацией нитритного азота 0,200 мг/дм<sup>3</sup>**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с помощью сухой градуированной пипетки вместимостью 5 см<sup>3</sup> отбирают 3,30 см<sup>3</sup> ГСО нитритного азота с концентрацией нитрит-иона 1,00 мг/см<sup>3</sup> (0,3045 мг/см<sup>3</sup> нитритного азота). Объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация нитритного азота в полученном растворе составляет 10,0 мг/дм<sup>3</sup>. Раствор хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке не более 5 сут. Для приготовления раствора с концентрацией нитритного азота 0,200 мг/дм<sup>3</sup> градуированной пипеткой переносят 2,0 см<sup>3</sup> раствора с концентрацией нитритного азота 10,0 мг/дм<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют в день приготовления.

При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованные растворы нитритного азота, приготовленные из нитрита натрия, по РД 52.24.518–2008 (приложение А) или РД 52.24.381–2017 (приложение А).

### **9.2.17 Раствор с массовой концентрацией нитратного азота 0,200 мг/дм<sup>3</sup>**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с помощью сухой градуированной пипетки вместимостью 5 см<sup>3</sup> отбирают 4,45 см<sup>3</sup> ГСО нитратного азота с концентрацией нитрат-иона 1,00 мг/см<sup>3</sup> (0,2259 мг/см<sup>3</sup> нитратного азота). Объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация нитратного азота в полученном растворе составляет 10,0 мг/дм<sup>3</sup>. Раствор хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке не более 5 сут. Для приготовления раствора с концентрацией нитратного азота 0,200 мг/дм<sup>3</sup> градуированной пипеткой переносят 2,0 см<sup>3</sup> раствора с концентрацией нитратного азота 10,0 мг/дм<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют в день приготовления.

При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованные растворы нитратного азота, приготовленные из нитрата калия, по РД 52.24.523–2009 (приложение Б), РД 52.24.528–2012 (приложение А) или РД 52.24.380–2017 (приложение Б).

### **9.2.18 Стабилизирующий раствор нитратного азота, 0,2 мг/дм<sup>3</sup>**

Для приготовления стабилизирующего раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают пипеткой с одной отметкой 20,0 см<sup>3</sup> раствора нитрата калия с концентрацией нитратного азота 10,0 мг/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 9.2.17, добавляют мерным цилиндром 20 см<sup>3</sup> раствора хлорида аммония, доводят объём раствора дистиллированной водой до метки на колбе и перемешивают. Раствор хранению не подлежит, используют в день приготовления.

### **9.2.19 Водно-глицериновая смесь**

Смешивают глицерин с дистиллированной водой в объёмном соотношении 1:2. Допускается проводить смешивание непосредственно в сосуде, используемом в качестве водно-глицериновой бани.

### **9.3 Подготовка водно-глицериновой бани для измерений по варианту 1**

Для измерений по варианту 1 в качестве бани используют любой металлический сосуд высотой около 20 см с плотно закрывающейся крышкой. В крышке вырезают отверстия для установки пробирок и термометра. Диаметр отверстий должен как можно более точно соответствовать диаметру пробирок для предотвращения значительного испарения воды из бани. Пробирки, установленные в бане, должны выступать над крышкой не более, чем на 2 см.

Количество отверстий зависит от диаметра бани, но их должно быть не менее 8. На дно бани следует положить металлическую сетку или подставку с отверстиями произвольного размера. Если стенки сосуда тонкие, для уменьшения теплообмена снаружи его следует покрыть слоем асбеста. Баню заполняют водно-глицериновой смесью на высоту около 15 см и устанавливают на электроплитку.

Температура бани после закипания должна быть в диапазоне от 103 °С до 105 °С. Если температура ниже требуемой, в смесь добавляют глицерин, в противном случае – разбавляют водой. В процессе кипения за счёт испарения воды температура бани может повышаться на 1 °С или 2 °С. Перед выполнением анализа следующей серии в баню добавляют дистиллированную воду до первоначального уровня и проверяют температуру кипения.

Примечание – Для измерения по варианту 2 вместо водно-глицериновой бани используют термостат (термоблок), позволяющий установить температуру (104±1) °С, и обеспечить равномерное нагревание жидкости в пробирках.

### **9.4 Подготовка кадмиевого редуктора**

9.4.1 Редуктор необходимо заполнить омеднённым кадмием равномерно, чтобы не образовалось воздушных пузырьков и пустот. Для этого предварительно редуктор с открытыми кранами помещают в стакан с дистиллированной водой и с помощью груши заполняют его снизу вверх на одну треть водой, далее редуктор быстро поднимают и закрывают оба крана. В воде между пористой пластиной и краном не должно оставаться воздушных пузырьков. Далее переносят омеднённый кадмий небольшими порциями в редуктор и сливают избыток воды через кран, не допуская снижения уровня воды ниже добавляемого кадмия. По мере заполнения периодически постукивают по редуктору для уплотнения каждой добавляемой порции омеднённого кадмия. Редуктор заполняют на высоту около 20 см от пористой пластины. Заполненный редуктор закрепляют на лабораторном штативе.

9.4.2 После заполнения редуктора омеднённым кадмием необходимо пропустить через него от 1000 до 2000 см<sup>3</sup> стабилизирующего раствора, приготовленного по 9.2.18. Стабилизирующий раствор пропускают через

редуктор со скоростью от 8 до 14 см<sup>3</sup>/мин. Скорость пропускания пробы через редуктор регулируют с помощью верхнего крана, нижний кран редуктора используют в режиме открыть/закрыть.

9.4.3 Для каждого вновь подготовленного редуктора следует установить оптимальную скорость пропускания пробы. Для этого берут по 100 см<sup>3</sup> стабилизирующего раствора и пропускают его через редуктор с различной скоростью от 8 до 14 см<sup>3</sup>/мин. Первые 60 см<sup>3</sup> раствора, прошедшего через редуктор, отбрасывают, последующие 25 см<sup>3</sup> отбирают мерным цилиндром, ополоснув его предварительно тем же раствором, в коническую колбу. Далее выполняют измерения по 10.1.6 (вариант 1), или по 10.2.7 (вариант 2). Оптимальной является скорость, при которой оптическая плотность будет максимальной.

9.4.4 Для определения степени восстановления нитратов при работе редуктора следует сравнить оптическую плотность стабилизирующего раствора, полученного при пропускании его через редуктор с оптимальной скоростью, и оптическую плотность раствора с концентрацией нитритного азота 0,2 мг/дм<sup>3</sup>, к 25 см<sup>3</sup> которого добавлены реактивы, соответствующие применяемому варианту определения. Аналогичным образом проводят холостой опыт.

Рассчитывают далее степень восстановления нитратов (в %) по отношению  $A(\text{NO}_3^-)/A(\text{NO}_2^-) \cdot 100$ , где  $A(\text{NO}_3^-)$  и  $A(\text{NO}_2^-)$  – оптические плотности растворов нитратного и нитритного азота после вычитания оптической плотности холостой пробы. Удовлетворительным считается редуктор, для которого степень восстановления превышает 90 % (допустимо использовать редуктор со степенью восстановления не менее 80 %).

9.4.5 При уменьшении степени восстановления кадмий из редуктора переносят в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и промывают не менее двух раз по 300 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>. Промывание кадмия проводят до тех пор, пока раствор над ним после взбалтывания не останется совершенно прозрачным. Затем промывают кадмий дистиллированной водой от раствора кислоты по универсальной индикаторной бумаге.

Промытым кадмием заполняют редуктор, начиная с 9.4.1, и вновь проверяют степень восстановления по 9.4.4. Если указанная процедура не приведёт к повышению степени восстановления, колонку необходимо заполнить свежей порцией омеднённого кадмия. Допускается проводить повторное омеднение кадмия, предварительно промытого раствором соляной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, с последующей проверкой степени восстановления.

Продолжительность работы кадмиевого редуктора зависит от состава анализируемой воды и может достигать до нескольких сотен проб.

## 9.5 Приготовление градуировочного раствора

### 9.5.1 Приготовление градуировочного раствора из ГСО

Для приготовления градуировочного раствора вскрывают ампулу ГСО с концентрацией общего азота  $0,500 \text{ г/дм}^3$  ( $0,500 \text{ мг/см}^3$ ) и переносят её содержимое в сухую коническую пробирку. С помощью сухой градуированной пипетки типа 1 вместимостью  $2 \text{ см}^3$  отбирают  $2,0 \text{ см}^3$  образца и переносят в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Объём раствора доводят до метки на колбе деионированной водой и перемешивают. Массовая концентрация общего азота в градуировочном растворе составляет  $10,0 \text{ мг/дм}^3$ . Если концентрация общего азота в ГСО не равна точно  $0,500 \text{ мг/см}^3$ , рассчитывают массовую концентрацию общего азота в градуировочном растворе соответственно концентрации конкретного образца, либо пересчитывают объём ГСО, который необходимо отобрать, чтобы получить раствор с концентрацией общего азота  $10,0 \text{ мг/дм}^3$ .

Градуировочный раствор используют в день приготовления.

### 9.5.2 Приготовление градуировочного раствора из аттестованных растворов

При отсутствии ГСО допускается в качестве градуировочного раствора использовать аттестованный раствор, приготовленный из мочевины и L-лейцина или из трилона Б. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении Г.

## 9.6 Установление градуировочной зависимости

9.6.1 При выполнении измерений по варианту 1 для приготовления градуировочных образцов в пробирки (4.1.13), дважды промытые деионированной водой, с помощью градуированных пипеток типа 1 вместимостью  $1$ ,  $2$  и  $5 \text{ см}^3$  помещают  $0,5$ ;  $1,0$ ;  $1,5$ ;  $2,0$ ;  $2,5$  и  $3,0 \text{ см}^3$  градуировочного раствора и доводят объём пробы в каждой пробирке до  $10 \text{ см}^3$  деионированной водой. Содержание общего азота в градуировочных образцах составит соответственно  $0,0050$ ;  $0,0100$ ;  $0,0150$ ;  $0,0200$ ;  $0,0250$  и  $0,0300 \text{ мг}$ . Далее выполняют измерения согласно 10.1 (начиная с 10.1.2).

Одновременно с градуировочными образцами выполняют два параллельных определения общего азота в холостой пробе, используя для этого две аликвоты деионированной воды, полученной по 9.2.1, объёмом по  $10 \text{ см}^3$ .

9.6.2 Для измерений по варианту 2 для приготовления градуировочных образцов в виалы (4.1.14), дважды промытые деионированной водой, с помощью градуированных пипеток типа 1 вместимостью  $1$  и  $2 \text{ см}^3$  помещают  $0,25$ ;  $0,5$ ;  $0,75$ ;  $1,0$ ;  $1,3$ ;  $1,7 \text{ см}^3$

градуировочного раствора и доводят объём пробы в каждой пробирке до 5 см<sup>3</sup> деионированной водой. Содержание общего азота в градуировочных образцах составит соответственно 0,0025; 0,0050; 0,0075; 0,0100; 0,0130 и 0,0170 мг. Далее выполняют измерения согласно разделу 10.2 (начиная с 10.2.3).

Одновременно с градуировочными образцами выполняют два параллельных определения общего азота в холостой пробе, используя для этого две аликвоты деионированной воды, полученной по 9.2.1, объёмом по 5 см<sup>3</sup>.

9.6.3 Измеряют оптическую плотность холостых проб, рассчитывают среднее арифметическое значение полученных оптических плотностей и вычитают его из оптической плотности градуировочных образцов.

Градуировочную зависимость оптической плотности от содержания общего азота в образцах рассчитывают методом наименьших квадратов.

9.6.4 Градуировочную зависимость устанавливают каждый раз при подготовке нового редуктора, либо замене измерительного прибора, но не реже одного раза в год.

## 9.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики

9.7.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед анализом серии проб. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 9.6 (не менее трёх образцов).

Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующего условия для всех используемых для контроля градуировочных образцов

$$|X_r - C_r| \leq d, \quad (1)$$

где  $X_r$  – результат контрольного измерения содержания общего азота в градуировочном образце, мг;

$C_r$  – приписанное значение содержания общего азота в градуировочном образце, мг;

$d$  – допустимое расхождение между измеренным и приписанным значением содержания общего азота в градуировочном образце, мг, в соответствии с таблицами 3 или 4.

Таблица 3 – Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания общего азота в образце при контроле стабильности градуировочной зависимости для измерений по варианту 1

Приписанное значение содержания общего азота в образце, мг	Допустимое расхождение $d$ , мг	Приписанное значение содержания общего азота в образце, мг	Допустимое расхождение $d$ , мг
0,0050	0,0005	0,0200	0,0017
0,0100	0,0009	0,0250	0,0021
0,0150	0,0013	0,0300	0,0025

Таблица 4 – Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания общего азота в образце при контроле стабильности градуировочной зависимости для измерений по варианту 2

Приписанное значение содержания общего азота в образце, мг	Допустимое расхождение $d$ , мг	Приписанное значение содержания общего азота в образце, мг	Допустимое расхождение $d$ , мг
0,0025	0,0002	0,0100	0,0009
0,0050	0,0004	0,0130	0,0010
0,0075	0,0006	0,0170	0,0012

Если условие стабильности (1) не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочный образец вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

9.7.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации общего азота в градуировочных образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

## 10 Порядок выполнения измерений

### 10.1 Порядок выполнения измерений по варианту 1

10.1.1 Пробирки и пробки-холодильники дважды промывают деионированной водой с помощью промывалки. Помещают в пробирки с помощью пипетки аликвоту (от 2 до 25 см<sup>3</sup>) пробы воды, содержащей не более 0,030 мг общего азота.

Рекомендуемые объёмы аликвоты проб воды для анализа при следующих концентрациях общего азота для измерений по варианту 1 составляют:

- от 0,05 до 0,3 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....25;
- св. 0,3 до 0,5 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....20;
- св. 0,5 до 2,5 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....20;
- св. 2,5 до 5,0 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....5;
- св. 5,0 до 10,0 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....2.

При отборе аликвоты для измерения массовой концентрации валового азота (суммы растворённых и взвешенных форм общего

азота), пробу тщательно перемешивают встряхиванием в течение 3 мин после чего немедленно отбирают аликвоту для анализа.

10.1.2 Градуированными пипетками добавляют к пробе 3 см<sup>3</sup> раствора персульфата калия и 1,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, 1,5 моль/дм<sup>3</sup>. Закрывают пробирки пробками-холодильниками, заполненными дистиллированной водой, и немедленно помещают в кипящую водно-глицериновую баню для проведения окисления (минерализации). Уровень жидкости в бане должен быть выше уровня жидкости в пробирках не менее чем на 2 см. Температура бани, измеренная через 15 мин после установки в неё пробирок, должна быть (104±1) °С.

10.1.3 Одновременно с каждой серией проб проводят холостой опыт. Для этого в пробирку помещают 3 см<sup>3</sup> раствора персульфата калия и 1,5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, 1,5 моль/дм<sup>3</sup>, (без добавления деионированной воды) и также ставят в баню.

10.1.4 Через (40±5) мин пробирки вынимают из бани и охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Содержимое каждой пробирки количественно переносят в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, предварительно ополоснув пробки-холодильники небольшим количеством дистиллированной воды, и градуированной пипеткой вместимостью 10 см<sup>3</sup> приливают по каплям раствор серной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, до значения показателя кислотности пробы от 7 до 8 единиц рН, контролируя кислотность при помощи рН-метра. При отсутствии рН-метра допускается использование универсальной индикаторной бумаги.

При анализе сильно минерализованных проб воды могут образоваться обильные осадки гидроксидов металлов, которые не растворяются при указанном значении показателя кислотности. В таком случае необходимо продолжить добавлять раствор серной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, до значения показателя кислотности от 2 до 3 единиц рН, а затем нейтрализовать, добавляя по каплям раствор гидроксида натрия, 1,5 моль/дм<sup>3</sup>.

10.1.5 После нейтрализации пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, дважды ополаскивая стакан небольшими порциями дистиллированной воды. Добавляют к пробе 2 см<sup>3</sup> раствора хлорида аммония, доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Далее пробу пропускают через кадмиевый редуктор с оптимальной скоростью, добавляя пробу порциями объёмом около 25 см<sup>3</sup>. Первые 65 см<sup>3</sup> пробы, прошедшие через редуктор, отбрасывают. Следующую порцию раствора объёмом 25 см<sup>3</sup> отбирают в мерный цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Цилиндр предварительно ополаскивают тем же раствором.

10.1.6 Из цилиндра пробу переносят в сухую коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1,5 см<sup>3</sup> раствора реактива Грисса и тщательно перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую

плотность пробы при длине волны 520 нм на спектрофотометрах или фотометрах с непрерывной развёрткой спектра (на фотометрах, снабженных светофильтрами – при длине волны 540 нм) относительно дистиллированной воды в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Окраска полученных растворов устойчива не более 2 ч.

10.1.7 После пропускания каждой серии проб (не более 10) колонку следует промыть 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, затем 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, в которую добавлено 2 см<sup>3</sup> раствора хлорида аммония.

При анализе сильнозагрязнённых вод (значение химического потребления кислорода более 50 мг/дм<sup>3</sup>) в пробу воды для стадии окисления (минерализации) по 10.1.2 следует добавить 5 см<sup>3</sup> раствора персульфата калия и 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, 1,5 моль/дм<sup>3</sup>. Аналогично выполняют и анализ холостой пробы.

## **10.2 Порядок выполнения измерений по варианту 2**

10.2.1 Перед заполнением виал (примерно за 20 мин до установки виал в термореактор) включают термореактор, устанавливая температуру (104±1) °С и время выдержки (термостатирования) (40±5) мин согласно инструкции по эксплуатации.

10.2.2 Виалы и крышки к ним дважды промывают деионированной водой с помощью промывалки. Помещают в виалы с помощью градуированной пипетки аликвоту пробы воды от 1 до 5 см<sup>3</sup>, содержащей не более 0,017 мг общего азота.

Рекомендуемые объёмы аликвоты проб воды для анализа при следующих концентрациях общего азота для измерений по варианту 2 составляют:

- от 0,05 до 3,4 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....5;
- св. 0,6 до 4,2 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....4;
- св. 0,8 до 5,8 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....3;
- св. 1,2 до 8,5 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....2;
- св. 2,5 до 17 мг/дм<sup>3</sup> включ., см<sup>3</sup>.....1.

Если массовая концентрация общего азота в пробе воды превышает 17 мг/дм<sup>3</sup>, то допускается предварительное разбавление анализируемой воды. Для этого пипеткой с одной отметкой вместимостью от 5 до 20 см<sup>3</sup> отбирают аликвоту анализируемой пробы воды и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки на колбе деионированной водой и перемешивают. Далее отбирают рекомендуемый объём разбавленной анализируемой воды и помещают его в виалу.

При отборе аликвоты для определения массовой концентрации валового азота (суммы растворённых и взвешенных форм общего

азота), пробу тщательно перемешивают встряхиванием в течение 3 мин после чего немедленно отбирают аликвоту для анализа.

10.2.3 Градуированными пипетками добавляют к пробе  $1,5 \text{ см}^3$  раствора персульфата калия и  $0,75 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия,  $1,5 \text{ моль/дм}^3$ . Закрывают виалы крышками и перемешивают, переворачивая 2 раза. Помещают виалы в термореактор для проведения окисления (минерализации). После установления температуры в термореакторе с виалами  $(104 \pm 1)^\circ\text{C}$  проводят минерализацию в течение  $(40 \pm 5)$  мин. После этого осторожно вынимают виалы из термореактора, устанавливают их в штатив и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

10.2.4 Одновременно с каждой серией проб проводят холостой опыт. Для этого в виалу помещают  $5 \text{ см}^3$  деионированной воды,  $1,5 \text{ см}^3$  раствора персульфата калия и  $0,75 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия,  $1,5 \text{ моль/дм}^3$ , и также ставят в термореактор.

10.2.5 Содержимое каждой виалы количественно переносят в стакан вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , предварительно ополоснув крышки небольшим количеством дистиллированной воды, и градуированной пипеткой вместимостью  $10 \text{ см}^3$  приливают по каплям раствор серной кислоты,  $0,05 \text{ моль/дм}^3$ , до значения показателя кислотности пробы от 7 до 8 единиц рН, контролируя кислотность при помощи рН-метра. При отсутствии рН-метра допускается использование универсальной индикаторной бумаги.

При анализе сильно минерализованных проб воды могут образоваться обильные осадки гидроксидов металлов, которые не растворяются при указанном значении показателя кислотности. В таком случае необходимо продолжить добавлять раствор серной кислоты,  $0,05 \text{ моль/дм}^3$ , до значения показателя кислотности от 2 до 3 единиц рН, а затем нейтрализовать, добавляя по каплям раствор гидроксида натрия,  $1,5 \text{ моль/дм}^3$ .

10.2.6 После нейтрализации пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , дважды ополаскивая стакан небольшими порциями дистиллированной воды. Добавляют к пробе  $1 \text{ см}^3$  раствора хлорида аммония, доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Далее пробу пропускают через кадмиевый редуктор с оптимальной скоростью, добавляя пробу порциями объёмом около  $25 \text{ см}^3$ . Первые  $20 \text{ см}^3$  пробы, прошедшие через редуктор, отбрасывают. Следующую порцию раствора объёмом  $25 \text{ см}^3$  отбирают в мерный цилиндр вместимостью  $25 \text{ см}^3$ . Цилиндр предварительно ополаскивают тем же раствором.

10.2.7 Из цилиндра пробу переносят в сухую коническую колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , добавляют  $1,0 \text{ см}^3$  раствора сульфаниламида и тщательно перемешивают. Не позднее чем через 5 мин после добавления раствора сульфаниламида приливают  $1,0 \text{ см}^3$  раствора

N-(1-нафтил)этилендиамин дигидрохлорида и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность каждого из полученных растворов на спектрофотометре или фотометре с непрерывной развёрткой спектра при длине волны 543 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами – при 540 нм) относительно дистиллированной воды в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Окраска полученных растворов устойчива не более 2 ч.

10.2.8 После пропускания каждой серии проб (не более 10) колонку следует промыть 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 0,025 моль/дм<sup>3</sup>, затем 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, в которую добавлено 2 см<sup>3</sup> раствора хлорида аммония.

При анализе сильнозагрязнённых вод (значение химического потребления кислорода более 50 мг/дм<sup>3</sup>) в пробу воды для стадии окисления (минерализации) по 10.2.3 следует добавить 2,5 см<sup>3</sup> раствора персульфата калия и 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, 1,5 моль/дм<sup>3</sup>. Аналогично выполняют и анализ холостой пробы.

## 11 Обработка результатов измерений

11.1 Рассчитывают оптическую плотность  $A_x$ , соответствующую содержанию общего азота в анализируемой пробе воды

$$A_x = A - \bar{A}_1, \quad (2)$$

где  $A$  – значение оптической плотности анализируемой пробы воды;  
 $\bar{A}_1$  – среднее арифметическое значение оптической плотности холостой пробы.

11.2 Содержание общего азота в анализируемой пробе воды  $q$ , мг, вычисляют по градуировочной зависимости согласно рассчитанному значению  $A_x$ .

11.3 Массовую концентрацию общего азота в анализируемой пробе воды  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{q \cdot 1000}{V} \cdot \eta, \quad (3)$$

где 1000 – коэффициент перевода миллилитров в литры, см<sup>3</sup>/дм<sup>3</sup>;  
 $\eta$  – кратность разбавления ( $\eta=1$ , если предварительное разбавление не проводилось);

$V$  – объём аликвоты анализируемой пробы воды, см<sup>3</sup>.

11.4 Массовую концентрацию органического азота  $X_{AO}$ , мг/дм<sup>3</sup>, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{AO} = X - X_{AM}, \quad (4)$$

где  $X_{AM}$  – массовая концентрация минерального азота, мг/дм<sup>3</sup>.

Массовую концентрацию минерального азота  $X_{AM}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$X_{AM} = X_{N-NO_2} + X_{N-NO_3} + X_{N-NH_4}, \quad (5)$$

где  $X_{N-NO_2}$  – массовая концентрация нитритного азота, найденная фотометрическим методом по РД 52.24.381 или РД 52.24.518, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{N-NO_3}$  – массовая концентрация нитратного азота, найденная фотометрическим методом после восстановления нитратов до нитритов по РД 52.24.380, РД 52.24.523 или РД 52.24.528, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{N-NH_4}$  – массовая концентрация аммонийного азота, найденная фотометрическим методом по РД 52.24.383, РД 52.24.530 или РД 52.24.486, мг/дм<sup>3</sup>.

Погрешность расчета массовой концентрации органического азота  $\Delta_{AO}$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$\Delta_{AO} = X_{AO} \cdot \sqrt{\Delta^2 + \Delta_{N-NO_2}^2 + \Delta_{N-NO_3}^2 + \Delta_{N-NH_4}^2}, \quad (6)$$

где  $\Delta$  – значение абсолютной погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации общего азота в анализируемой пробе воды  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, в соответствии с таблицами 1 или 2;

$\Delta_{N-NO_2}$  – значение абсолютной погрешности результатов измерений, соответствующее массовой концентрации нитритного азота в анализируемой пробе воды  $X_{N-NO_2}$ , мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{N-NO_3}$  – значение абсолютной погрешности результатов измерений, соответствующее массовой концентрации нитратного азота в анализируемой пробе воды  $X_{N-NO_3}$ , мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{N-NH_4}$  – значение абсолютной погрешности результатов измерений, соответствующее массовой концентрации аммонийного азота в анализируемой пробе воды  $X_{N-NH_4}$ , мг/дм<sup>3</sup>.

## 12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X \pm \Delta, (P=0,95), \quad (7)$$

где  $\pm\Delta$  – границы абсолютной погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации общего азота, мг/дм<sup>3</sup>, в соответствии с таблицами 1 или 2.

Абсолютные погрешности результатов измерений представляют числом, содержащим не более двух значащих цифр. Наименьшие разряды числовых значений результатов измерений принимают такими же, как и наименьшие разряды числовых значений абсолютных погрешностей результатов измерений.

12.2 Допустимо представлять результат в виде

$$X \pm \Delta_n (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_n < \Delta, \quad (8)$$

где  $\pm \Delta_n$  – границы абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Допустимо абсолютную погрешность результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе формулы  $\Delta_n = 0,84 \cdot \Delta$  с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.3 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале по формам, установленным в лаборатории.

## **13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории**

### **13.1 Общие положения**

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений внутри лаборатории.

13.1.2 Периодичность оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов регламентируют в лаборатории.

### **13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости**

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для одного результата измерений в каждой серии проб, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части и выполняют измерение в соответствии с 10.1 или 10.2.

13.2.2 Результат контрольной процедуры  $r_k$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$r_k = |X_1 - X_2|, \quad (9)$$

где  $X_1, X_2$  – результаты измерений массовой концентрации общего азота в пробе, мг/дм<sup>3</sup>.

13.2.3 Предел повторяемости  $r_n$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2,77 \cdot \sigma_r, \quad (10)$$

где  $\sigma_r$  – показатель повторяемости для массовой концентрации общего азота, равной  $(X_1 + X_2)/2$ , мг/дм<sup>3</sup>, в соответствии с таблицами 1 или 2.

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_k \leq r_n. \quad (11)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (11) выполняют ещё два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля. В случае превышения предела повторяемости поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (раздел 5).

### 13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путём сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

13.3.2 Результат контрольной процедуры  $K_k$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$K_k = X' - X - C_d, \quad (12)$$

где  $X'$  – результат контрольного измерения массовой концентрации общего азота в пробе с известной добавкой, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_d$  – концентрация добавки, мг/дм<sup>3</sup>.

13.3.3 Норматив контроля погрешности  $K$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \quad (13)$$

где  $\Delta_{лх'}$ ,  $\Delta_{лх}$  – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации общего азота в пробе с добавкой и в рабочей пробе, мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Допустимо для расчёта норматива контроля использовать значения абсолютной погрешности, полученные расчётным путем по формулам  $\Delta_{лх'} = 0,84 \cdot \Delta_{х'}$  и  $\Delta_{лх} = 0,84 \cdot \Delta_{х}$ , где  $\Delta_{х'}$ ,  $\Delta_{х}$  – приписанные методике значения абсолютной погрешности, соответствующие массовой концентрации общего азота в пробе с добавкой и рабочей пробе, соответственно, мг/дм<sup>3</sup>.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (14)$$

процедуру признают удовлетворительной.

13.3.5 При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

## **14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости**

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости  $R$ . При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости  $R$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R, \quad (15)$$

где  $\sigma_R$  – показатель воспроизводимости, мг/дм<sup>3</sup>, в соответствии с таблицами 1 или 2.

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5) или МИ 2881.

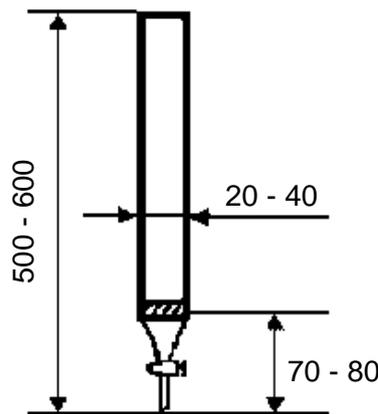
14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

## Приложение А (обязательное)

### Получение деионированной воды

#### А.1 Дополнительное оборудование и реактивы

А.1.1 Колонки стеклянные длиной от 500 до 600 мм, диаметром от 20 до 40 мм с краном и пористой стеклянной пластиной (рисунок А.1) или бюретки типа I, исполнения 1, 2-го класса точности, с прямым краном и прокладкой из стеклоткани по ГОСТ 29251 вместимостью 50 см<sup>3</sup> – 2 шт.



Размеры приведены в миллиметрах  
Рисунок А.1 – Колонка

А.1.2 Колба мерная 2-го класса точности, исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

А.1.3 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью: 250 см<sup>3</sup> – 1 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

А.1.4 Штатив лабораторный любого типа.

А.1.5 Трубки электроизоляционные из фторопласта 4Д по ГОСТ 22056.

А.1.6 Катионит сильнокислотный КУ-2-8-ЧС по ГОСТ 20298 или другой, равноценный по характеристикам.

А.1.7 Анионит сильноосновной АВ-17-8-ЧС по ГОСТ 20301 или другой, равноценный по характеристикам.

А.1.8 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233, х.ч.

А.1.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

#### А.2 Приготовление растворов

##### А.2.1 Насыщенный раствор хлорида натрия

В стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> растворяют 70 г хлорида натрия в 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранению не подлежит.

### **А.2.2 Раствор хлорида натрия, 0,010 моль/дм<sup>3</sup>**

Взвешивают в бюксе 0,0585 г хлорида натрия на весах специального класса точности, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранению не подлежит.

### **А.2.3 Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>**

В термостойком стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 90 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты в 910 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой склянке не ограничен.

### **А.2.4 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм<sup>3</sup>**

В термостойком стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 40 г гидроксида натрия в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой пластиковой посуде не более 6 мес.

## **А.3 Подготовка и регенерация колонки с катионитом**

А.3.1 Влажный катионит перед использованием промывают не менее трёх раз дистиллированной водой. Если катионит высох при хранении, его обрабатывают насыщенным раствором хлорида натрия, приготовленного по А.2.1. Для этого 60 г сухого катионита помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и заливают насыщенным раствором хлорида натрия. Через 1 сут сливают раствор и промывают катионит не менее трёх раз дистиллированной водой.

А.3.2 Заполнение колонки катионитом проводят так, чтобы не образовалось воздушных пузырьков в слое катионита. Предварительно колонку с открытым краном помещают в стакан с дистиллированной водой и с помощью груши заполняют колонку снизу вверх на одну треть водой, далее колонку быстро поднимают и закрывают кран. В воде между пористой пластиной и краном не должно оставаться воздушного пузыря. Колонку закрепляют на штативе и заполняют катионитом, при этом избыток воды периодически сливают через кран.

А.3.3 После заполнения пропускают через колонку с катионитом последовательно по 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>, дистиллированной воды и раствора гидроксида натрия, 1 моль/дм<sup>3</sup>, со скоростью 1-2 капли в секунду, повторяя процедуру от 8 до 10 раз. Заканчивают обработку катионита пропусканием 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>. Промывают колонку дистиллированной водой, пропуская её с максимально возможной скоростью, до прекращения изменения значений кислотности (значений рН) пропускаемой через колонку воды.

А.3.4 Колонка с катионитом пригодна к работе длительное время. В перерыве между использованием колонку хранят закрытой, катионит должен постоянно находиться под слоем воды.

А.3.5 Регенерацию катионита осуществляют, пропуская через колонку 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>, и затем промывая дистиллированной водой, аналогично описанному в А.3.3.

А.3.6 Катионит (как сухой, так и влажный) со временем стареет и теряет ионообменные свойства. Для проверки пригодности катионита используют раствор хлорида натрия с молярной концентрацией  $0,010 \text{ моль/дм}^3$ , приготовленный по А.2.2.

А.3.7 После первоначальной подготовки или после регенерации через колонку пропускают  $100 \text{ см}^3$  дистиллированной воды со скоростью от 1 до 2 капель в секунду. Отбрасывают первую порцию жидкости объёмом  $60 \text{ см}^3$ , прошедшей через колонку, отбирают следующую порцию объёмом  $40 \text{ см}^3$  в стакан вместимостью  $50 \text{ см}^3$  и измеряют рН катионированной воды.

А.3.8 Далее пропускают с той же скоростью  $100 \text{ см}^3$  раствора хлорида натрия,  $0,010 \text{ моль/дм}^3$ , отбрасывают первую порцию раствора объёмом  $60 \text{ см}^3$ , прошедшего через колонку, отбирают следующую порцию раствора объёмом  $40 \text{ см}^3$  в стакан вместимостью  $50 \text{ см}^3$  и также измеряют рН полученного раствора.

А.3.9 За счёт замещения катионов натрия в растворе на катионы водорода при пропускании раствора хлорида натрия через катионит, рН раствора понижается по сравнению с катионированной дистиллированной водой. Если качество катионита удовлетворительное, разница в значении кислотности должна составлять от 2,5 до 3,0 единиц рН.

В противном случае повторяют процедуры, начиная с А.3.3, или заменяют катионит.

#### **А.4 Подготовка и регенерация колонки с анионитом**

А.4.1 Влажный анионит перед использованием промывают не менее трёх раз дистиллированной водой. Если анионит высох при хранении, его обрабатывают насыщенным раствором хлорида натрия, приготовленного по А.2.1. Для этого  $60 \text{ г}$  сухого анионита помещают в стакан вместимостью  $600 \text{ см}^3$  и заливают насыщенным раствором хлорида натрия. Через 1 сут сливают раствор и промывают анионит не менее трёх раз дистиллированной водой.

А.4.2 Заполнение колонки анионитом проводят так, чтобы не образовалось воздушных пузырьков в слое катионита. Предварительно колонку с открытым краном помещают в стакан с дистиллированной водой и с помощью груши заполняют колонку снизу вверх на одну треть водой, далее колонку быстро поднимают и закрывают кран. В воде между пористой пластиной и краном не должно оставаться воздушного пузыря. Колонку закрепляют на штативе и заполняют анионитом, при этом избыток воды периодически сливают через кран.

А.4.3 После заполнения пропускают через колонку с анионитом последовательно по  $100 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия,  $1 \text{ моль/дм}^3$ , дистиллированной воды и раствора соляной кислоты,  $1 \text{ моль/дм}^3$ , со скоростью от 1 до 2 капель в секунду, повторяя процедуру от 8 до 10 раз. Заканчивают обработку анионита пропусканием  $100 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия,  $1 \text{ моль/дм}^3$ . Промывают колонку дистиллированной водой, пропуская её с максимально возможной скоростью, до прекращения изменения значений кислотности (значений рН) пропускаемой через колонку воды.

А.4.4 Колонка с анионитом пригодна к работе длительное время. В перерыве между использованием колонку хранят закрытой, анионит должен постоянно находиться под слоем воды.

А.4.5 Регенерацию анионита осуществляют, пропуская через колонку  $100 \text{ см}^3$  раствора гидроксида натрия,  $1 \text{ моль/дм}^3$ , и затем промывая её дистиллированной водой, аналогично описанному в А.4.3.

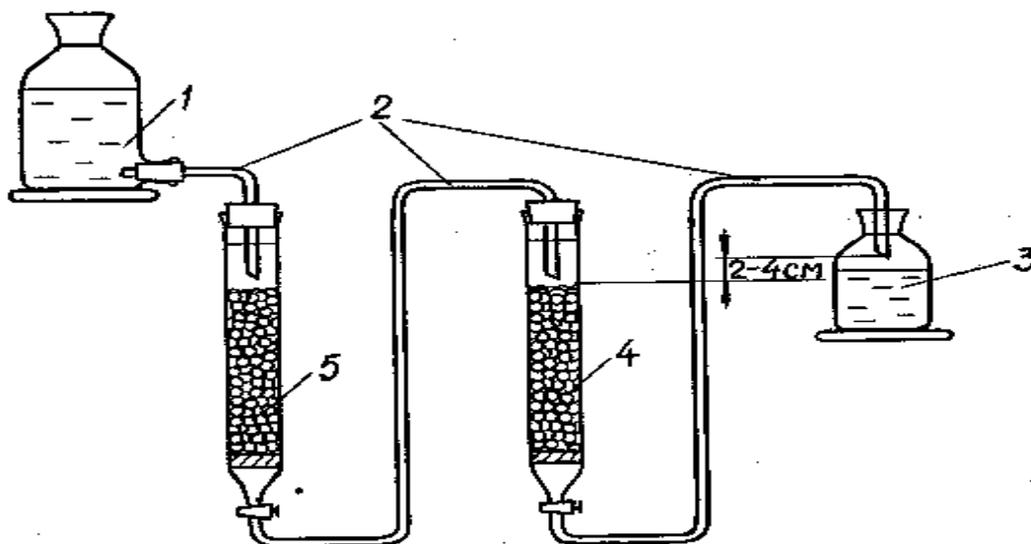
А.4.6 Анионит (как сухой, так и влажный) со временем стареет и теряет ионообменные свойства. Для проверки пригодности анионита используют раствор хлорида натрия с молярной концентрацией  $0,010 \text{ моль/дм}^3$ , приготовленный по А.2.2.

А.4.7 Пригодность анионита проверяют с помощью раствора хлорида натрия с молярной концентрацией  $0,010 \text{ моль/дм}^3$  по процедуре, описанной в А.3.6 – А.3.8. За счёт замещения хлорид-ионов в растворе при пропускании через анионит на гидроксид-ионы рН раствора повышается по сравнению с анионированной дистиллированной водой. Если качество анионита удовлетворительное, разница в значении кислотности должна составлять от 2,5 до 3,0 единиц рН.

В противном случае повторяют процедуры, начиная с А.4.3, или заменяют анионит.

### А.5 Получение деионированной воды

Для получения деионированной воды собирают установку, схема которой изображена на рисунке А.2. Дистиллированную воду пропускают через колонку с анионитом, а затем через колонку с катионитом со скоростью от 1 до 2 капель в секунду. Качество подготовленной воды проверяют по значению оптической плотности холостого опыта, который выполняется с деионированной водой при установлении градуировочной зависимости.



- 1 – склянка с дистиллированной водой; 2 – соединительные трубки из фторопласта; 3 – склянка с деионированной водой;  
4 – колонка с катионитом; 5 – колонка с анионитом

Рисунок А.2 – Схема установки для получения деионированной воды

**Приложение Б**  
(обязательное)

**Перекристаллизация персульфата калия**

**Б.1 Дополнительное оборудование и реактивы**

Б.1.1 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224 с диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С и ценой деления не более 1 °С.

Б.1.2 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью: 50 см<sup>3</sup> – 1 шт., 600 см<sup>3</sup> – 1 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

Б.1.3 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336 диаметром 75 мм.

Б.1.4 Воронка фильтрующая ВФ исполнения 1 или 3 с пористой пластиной диаметром 60 или 90 мм (фильтр типа ФКП, класса ПОР 250 или ПОР 500) по ГОСТ 25336.

Б.1.5 Колба с тубусом (Бунзена) исполнения 1, 2 по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 или 2000 см<sup>3</sup>.

Б.1.6 Чашка типа ЧКЦ исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 2500 см<sup>3</sup>.

Б.1.7 Чашка типа ЧБН исполнения 1 или 2 (чашка Петри) по ГОСТ 25336, диаметром 100 или 150 мм.

Б.1.8 Эксикатор исполнения 2 диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336.

Б.1.9 Калий надсернокислый (персульфат калия) по ГОСТ 4146, ч.д.а.

Б.1.10 Вода деионированная, полученная по 9.2.1.

**Б.2 Перекристаллизация персульфата калия**

В стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, содержащем 350 см<sup>3</sup> нагретой до температуры 65 °С деионированной воды, растворяют при перемешивании стеклянной палочкой 70 г персульфата калия. При необходимости раствор быстро фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>. Охлаждают в чашке с водой и льдом, перемешивая раствор палочкой. Выпавшие кристаллы фильтруют через воронку фильтрующую (со стеклянным фильтром) с помощью колбы Бунзена под вакуумом, промывая несколько раз небольшими порциями (от 10 до 20 см<sup>3</sup>) охлаждённой деионированной воды.

Переносят кристаллы персульфата калия в чашку Петри и высушивают в тёмном месте при комнатной температуре в помещении, где не хранятся растворы аммиака, аминов, азотной кислоты и их солей, а также не проводятся работы с ними.

Высушенный препарат хранят в плотно закрытой склянке в эксикаторе при комнатной температуре в течение 6 мес.

**Приложение В**  
(обязательное)

**Получение кадмия металлического омеднённого**

**В.1 Дополнительное оборудование и реактивы**

В.1.1 Источник постоянного тока (выпрямитель) любого типа, позволяющий получить напряжение на ячейке 3 В при значении тока не менее 2 А.

В.1.2 Вольтметр постоянного тока по ГОСТ 8711, позволяющий измерить напряжение 3 В.

В.1.3 Амперметр постоянного тока по ГОСТ 8711, позволяющий измерить ток от 1 до 2 А.

В.1.4 Сосуд типа СЦ вместимостью 3,0 дм<sup>3</sup> или стакан Н исполнения 1, 2 диаметром не менее 150 мм вместимостью 3000 или 5000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

В.1.5 Кадмий в палочках по [9], ч.

В.1.6 Кадмий серноокислый (сульфат кадмия) по ГОСТ 4456, ч.д.а.

В.1.7 Медь (II) серноокислая, 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165, ч.д.а.

**В.2 Приготовление растворов**

**В.2.1 Раствор сульфата меди**

В стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> растворяют 10 г сульфата меди в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой тёмной склянке не ограничен.

**В.2.2 Раствор сульфата кадмия**

Растворяют 1200 г сульфата кадмия в 3 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды и доводят значение показателя кислотности полученного раствора до 2 единиц рН по универсальной индикаторной бумаге добавлением концентрированной серной кислоты.

**В.2.3 Раствор соляной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>**

В стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 4,4 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде не ограничен.

**В.3 Получение электролитического кадмия**

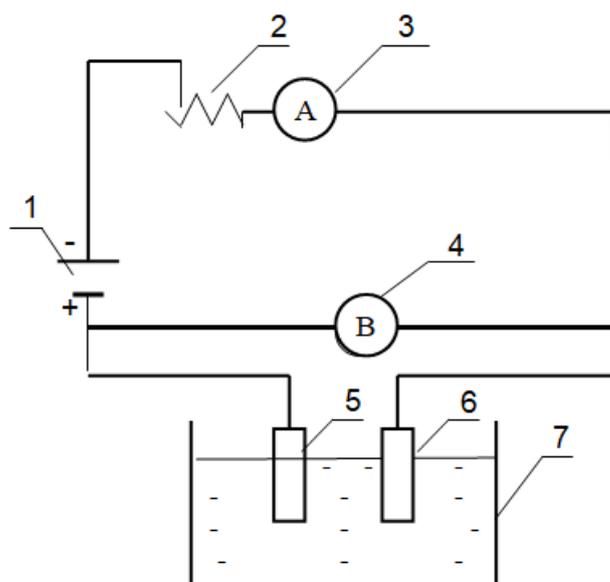
Для проведения электролиза собирают установку по схеме, приведённой на рисунке В.1.

Раствор сульфата кадмия (электролит) помещают в сосуд вместимостью не менее 3000 см<sup>3</sup>, в качестве которого могут использоваться сосуды цилиндрической формы или стаканы (В.1.4). Допустимо использовать аналогичные пластиковые сосуды (в том числе прямоугольной формы).

Высота электролита в сосуде должна быть не менее 12 см, расстояние между электродами не менее 10 см, напряжение на ячейке устанавливают 3 В при силе тока в цепи от 0,8 до 1,2 А. Сила тока регулируется глубиной погружения кадмиевой палочки и расстоянием между электродами. Во избежание замыкания электроды не должны касаться дна и стенок сосуда.

Образующиеся в процессе электролиза кристаллы собирают пластмассовым шпателем непосредственно с катода, не допуская нарастания большого количества кадмия и замыкания цепи. Не следует допускать, чтобы кристаллы скапливались на дне сосуда. Для предотвращения окисления кристаллы кадмия хранят полностью погружёнными в раствор соляной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, или в дистиллированной воды с добавлением серной кислоты до 2 единиц рН (по универсальной индикаторной бумаге). Дальнейшему измельчению кадмий подвергать не следует.

В качестве катода рекомендуется использовать кадмиевую палочку, аналогичную аноду. В этом случае устанавливают стеклянную пластину между электродами, так как образующиеся на катоде кристаллы вытягиваются по направлению к аноду. Для рекристаллизации мелких кристаллов кадмия и их укрупнения рекомендуется оставлять на ночь выключенную установку и не отделять образовавшиеся кристаллы в тот же день. Выход кадмия близок к теоретическому и составляет около 2 г/(А·ч).



- 1 – источник постоянного тока; 2 – переменное сопротивление;  
3 – амперметр; 4 – вольтметр; 5 – анод; 6 – катод;  
7 – сосуд с раствором сульфата кадмия

Рисунок В.1 – Схема установки для получения кадмия электролизом

#### В.4 Омеднение кадмия

Помещают 120 г электролитического кадмия в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, промывают 300 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, затем дистиллированной водой и заливают 500 см<sup>3</sup> раствора сульфата меди.

## РД 52.24.364–2023

Перемешивают до почти полного обесцвечивания раствора сульфата меди и появления чёрных мелкодисперсных частиц.

После омеднения кадмий следует тщательно отмыть дистиллированной водой от мелких частиц, не осаждающихся в течение нескольких секунд после интенсивного перемешивания кристаллов омеднённого кадмия в стакане с водой.

Вместо электролитического кадмия можно использовать также кадмиевые опилки, полученные измельчением кадмиевой палочки грубым напильником или пилой с крупными зубьями. Размер опилок должен быть около 1 мм.

Хранить омеднённый кадмий следует в закрытой склянке под слоем дистиллированной воды, подкисленной соляной кислотой до значения кислотности около 3 единиц рН. Срок хранения не ограничен.

## Приложение Г (рекомендуемое)

### Методика приготовления аттестованного раствора AP1-N для установления градуировочной характеристики приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации общего азота фотометрическим методом

#### Г.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованного раствора AP1-N из трилона Б или смеси мочевины и L-лейцина, предназначенного для установления градуировочной характеристики приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации общего азота в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом после окисления персульфатом калия.

#### Г.2 Метрологические характеристики

Г.2.1 Аттестованное значение массовой концентрации общего азота в аттестованном растворе AP1-N составляет 10,00 мг/дм<sup>3</sup>.

Г.2.2 Границы погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации общего азота в аттестованном растворе AP1-N составляют  $\pm 0,20$  мг/дм<sup>3</sup> ( $P=0,95$ ) для раствора, приготовленного из мочевины и L-лейцина, и  $\pm 0,11$  мг/дм<sup>3</sup> ( $P=0,95$ ) для раствора, приготовленного из трилона Б.

#### Г.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Г.3.1 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

Г.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см<sup>3</sup> – 4 шт.

Г.3.3 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 29169, вместимостью: 5 см<sup>3</sup> – 2 шт., 10 см<sup>3</sup> – 1 шт., 20 см<sup>3</sup> – 1 шт.

Г.3.4 Пипетка градуированная 2-го класса точности, типа 1, исполнения 1 по ГОСТ 29227, вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Г.3.5 Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336 – 2 шт.

Г.3.6 Воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336 диаметром 36 мм – 2 шт.

Г.3.7 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336.

Г.3.8 Хлорид кальция обезвоженный по [5], ч.

Г.3.9 Склянки из тёмного стекла с пришлифованными или плотными пластиковыми пробками для хранения растворов вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup> – 3 шт.

#### Г.4 Исходные компоненты аттестованных смесей

Г.4.1 Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, ч.д.а.

Г.4.2 L-лейцин по [2], ч., или имп.

Г.4.3 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а.

Г.4.4 Вода деионированная, полученная по 9.2.1.

Г.4.5 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328, ч.д.а.

## **Г.5 Процедура приготовления аттестованного раствора AP1-N**

**Г.5.1 Приготовление основного и промежуточного растворов мочевины и раствора L-лейцина**

**Г.5.1.1 Приготовление основного раствора мочевины с массовой концентрацией общего азота 500,0 мг/дм<sup>3</sup>**

На весах специального класса точности взвешивают в бюксе с точностью до четвёртого знака после запятой 0,1074 г мочевины, предварительно высушенной в сушильном шкафу при температуре 105 °С в течение 1 ч и охлаждённой в эксикаторе над хлоридом кальция. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в деионированной воде, доводят объём раствора до метки на колбе деионированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию общего азота 500,0 мг/дм<sup>3</sup>.

При отборе навески мочевины, отличной от значения 0,1074 г, концентрации и погрешности аттестованного раствора рассчитывают по Г.6.

**Г.5.1.2 Приготовление промежуточного раствора мочевины с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>**

Отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 см<sup>3</sup> основного раствора мочевины с массовой концентрацией общего азота 500 мг/дм<sup>3</sup> и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объём раствора доводят до метки на колбе деионированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>.

**Г.5.1.3 Приготовление раствора L-лейцина с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>**

На весах специального класса точности взвешивают в бюксе с точностью до четвёртого знака после запятой 0,0935 г L-лейцина. В бюкс добавляют 5 см<sup>3</sup> деионированной воды, 0,30 г гидроксида натрия и растворяют навеску L-лейцина. Далее количественно переносят раствор из бюкса в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора деионированной водой до метки на колбе и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>.

При отборе навески L-лейцина, отличной от значения 0,0935 г, концентрации и погрешности аттестованного раствора рассчитывают по Г.6.

### Г.5.2 Приготовление аттестованного раствора трилона Б с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>

На весах специального класса точности взвешивают в бюксе с точностью до четвёртого знака после запятой 0,1200 г трилона Б. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в деионированной воде, доводят объём раствора до метки на колбе деионированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>.

При отборе навески трилона Б, отличной от значения 0,1200 г, концентрации и погрешности аттестованного раствора рассчитывают по Г.6.

### Г.5.3 Приготовление аттестованного раствора AP1-N

Отбирают пипетками с одной отметкой по 5,0 см<sup>3</sup> промежуточного раствора мочевины с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup> и 5,0 см<sup>3</sup> раствора L-лейцина с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup> или 10,0 см<sup>3</sup> раствора трилона Б с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>, переносят их в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объём раствора доводят до метки на колбе деионированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию общего азота 10,00 мг/дм<sup>3</sup>.

## Г.6 Расчёт метрологических характеристик аттестованных растворов

### Г.6.1 Расчёт метрологических характеристик основного раствора мочевины с массовой концентрацией общего азота 500,0 мг/дм<sup>3</sup>

Аттестованное значение массовой концентрации общего азота  $C_1$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m_1 \cdot 2 \cdot 14,01 \cdot 1000 \cdot 1000}{60,06 \cdot V}, \quad (\text{Г.1})$$

где  $m_1$  – масса навески мочевины, г;

2 – количество атомов азота в молекуле;

14,01 – молярная масса азота, г/моль;

1000 – коэффициенты перевода, мг/г и см<sup>3</sup>/дм<sup>3</sup>;

60,06 – молярная масса мочевины, г/моль;

$V$  – вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>.

Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации общего азота в основном растворе мочевины  $\Delta_1$ , мг/дм<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu_1}{\mu_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_1}{m_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}, \quad (\text{Г.2})$$

где  $\Delta_{\mu_1}$  – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения  $\mu_1$ , %;

$\mu_1$  – массовая доля основного вещества (мочевины) в реактиве, приписанная реактиву квалификации «ч.д.а.», %;

$\Delta_{m_1}$  – предельная возможная погрешность взвешивания, г;

$\Delta_V$  – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Погрешность установления массовой концентрации общего азота в основном растворе мочевины равна

$$\Delta_1 = 500,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,2}{99,8}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{0,107}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 4,9 \text{ мг/дм}^3.$$

### Г.6.2 Расчёт метрологических характеристик промежуточного раствора мочевины с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>

Аттестованное значение массовой концентрации общего азота  $C_2$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V}, \quad (\text{Г.3})$$

где  $V_1$  – объём основного раствора мочевины, отбираемый пипеткой, см<sup>3</sup>.

Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации общего азота в промежуточном растворе мочевины  $\Delta_2$ , мг/дм<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \quad (\text{Г.4})$$

где  $\Delta_{V_1}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_1$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Погрешность установления массовой концентрации общего азота в промежуточном растворе мочевины равна

$$\Delta_2 = 100,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{4,9}{500,0}\right)^2 + \left(\frac{0,06}{20}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{100}\right)^2} = 1,0 \text{ мг/дм}^3.$$

### Г.6.3 Расчёт метрологических характеристик раствора L-лейцина с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>

Аттестованное значение массовой концентрации общего азота  $C_3$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{m_2 \cdot 14,01 \cdot 1000 \cdot 1000}{131,17 \cdot V}, \quad (\text{Г.5})$$

где  $m_2$  – масса навески L-лейцина, г;

131,17 – молярная масса L-лейцина, г/моль.

Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации общего азота в растворе L-лейцина  $\Delta_3$ , мг/дм<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu_2}{\mu_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_2}{m_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}, \quad (\text{Г.6})$$

где  $\Delta\mu_2$  – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения  $\mu_2$ , %;

$\mu_2$  – массовая доля основного вещества (L-лейцина) в реактиве, приписанная реактиву квалификации «ч.», %;

$\Delta m_2$  – предельная возможная погрешность взвешивания, г.

Погрешность установления массовой концентрации общего азота в растворе L-лейцина равна

$$\Delta_3 = 100,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,0}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{0,0935}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 1,5 \text{ мг/дм}^3.$$

#### Г.6.4 Расчёт метрологических характеристик раствора трилона Б с массовой концентрацией общего азота 100,0 мг/дм<sup>3</sup>

Аттестованное значение массовой концентрации общего азота  $C_4$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_4 = \frac{m_3 \cdot 2 \cdot 14,01 \cdot 1000 \cdot 1000}{336,21 \cdot V}, \quad (\text{Г.7})$$

где  $m_3$  – масса навески трилона Б, г;

336,21 – молярная масса трилона Б, г/моль.

Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации общего азота в растворе трилона Б  $\Delta_4$ , мг/дм<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_4 = C_4 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu_3}{\mu_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_3}{m_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}, \quad (\text{Г.8})$$

где  $\Delta\mu_3$  – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения  $\mu_3$ , %;

$\mu_3$  – массовая доля основного вещества (трилона Б) в реактиве, приписанная реактиву квалификации «ч.д.а.», %;

$\Delta_{m_3}$  – предельная возможная погрешность взвешивания, г.

Погрешность установления массовой концентрации общего азота в растворе трилона Б равна

$$\Delta_4 = 100,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,5}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{0,1200}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 1,0 \text{ мг/дм}^3.$$

### Г.6.5 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора AP1-N, приготовленного из растворов мочевины и L-лейцина

Аттестованное значение массовой концентрации общего азота  $C_5$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_5 = \frac{C_2 \cdot V_2 + C_3 \cdot V_2}{V}, \quad (\text{Г.9})$$

где  $V_2$  – объёмы растворов мочевины и L-лейцина, отбираемых пипеткой, см<sup>3</sup>.

Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации общего азота в аттестованном растворе AP1-N  $\Delta_5$ , мг/дм<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_5 = C_5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_2}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_3}{C_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (\text{Г.10})$$

где  $\Delta_{V_2}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_2$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Погрешность установления массовой концентрации общего азота в аттестованном растворе AP1-N равна

$$\Delta_5 = 10,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,0}{100,0}\right)^2 + \left(\frac{1,5}{100,0}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{100}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{0,03}{5}\right)^2} = 0,20 \text{ мг/дм}^3.$$

### Г.6.6 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора AP1-N, приготовленного из раствора трилона Б

Аттестованное значение массовой концентрации общего азота  $C_6$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_6 = \frac{C_4 \cdot V_3}{V}, \quad (\text{Г.11})$$

где  $V_3$  – объём раствора трилона Б, отбираемый пипеткой, см<sup>3</sup>.

Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации общего азота в аттестованном растворе AP1-N  $\Delta_6$ , мг/дм<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_6 = C_6 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_4}{C_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (\text{Г.12})$$

где  $\Delta_{V_3}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_3$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Погрешность установления массовой концентрации общего азота в аттестованном растворе AP1-N равна

$$\Delta_6 = 10,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,0}{100,0}\right)^2 + \left(\frac{0,2}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10}\right)^2} = 0,11 \text{ мг/дм}^3.$$

### Г.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

### Г.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованную смесь может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку.

### Г.9 Требования к маркировке

На склянки должны быть наклеены этикетки с указанием названий растворов, массовой концентрации мочевины, L-лейцина, трилона Б и общего азота, погрешности её установления и даты приготовления.

### Г.10 Условия хранения

Г.10.1 Аттестованный раствор AP1-N хранению не подлежит.

Г.10.2 Основной раствор мочевины хранят в плотно закрытой тёмной склянке в холодильнике не более 3 мес.

Г.10.3 Промежуточный раствор мочевины, раствор L-лейцина и раствор трилона Б хранят в плотно закрытых тёмных склянках в холодильнике не более 1 мес.

**Библиография**

- |      |  |   |
|------|--|---|
| [1]  | Технические условия<br>ТУ 4215-340-20506233–2005 | Терморектор лабораторный<br>«Термион»                 |
| [2]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-1170–77           | L-лейцин  |
| [3]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-3569–86           | Реактив Грисса  |
| [4]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-07-1703–90        | 1-нафтиламин  |
| [5]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-15-420–80         | N-(1-Нафтил)этилендиамин<br>дигидрохлорид             |
| [6]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-4711–81           | Кальция хлорид обезвоженный<br>(кальций хлористый)    |
| [7]  | Технические условия<br>ТУ 6-55-221-1029–89       | Мембрана «Владипор» типа<br>МФАС-ОС                   |
| [8]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-1678–95           | Фильтры обеззоленные (белая,<br>красная, синяя ленты) |
| [9]  | Технические условия<br>ТУ 2642-054-23050963–2008 | Универсальная индикаторная<br>бумага                  |
| [10] | Технические условия<br>ТУ 6-09-5434–88           | Кадмий в палочках и грану-<br>лированный, чистый      |

---

Ключевые слова: методика измерений, массовая концентрация, общий азот, природная вода, фотометрический метод, терморектор, персульфат калия

---

## Лист регистрации изменений

Поряд- ковый номер изме- нения	Номер страницы				Номер ре- гистрации изменения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	изме- нённой	заме- нённой	новой	аннули- рован- ной			внесения изм.	введения изм.