
Качество воды. Определение содержания хрома (VI). Метод анализа потока (FIA и CFA) и спектрометрическое обнаружение

*Water quality – Determination of chromium(VI) – Method using flow
analysis (FIA and CFA) and spectrometric detection*

iTeh STANDARDS
(standards.iteh.ai)

ISO 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 23913:2006(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office

Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 734 09 47

E-mail copyright @ iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Помехи	2
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	5
7 Отбор и приготовление проб	6
8 Методика	6
9 Определение	7
10 Представление результатов	8
11 Протокол испытания	8
Приложение А (информативное) Примеры систем анализа потока для определения хрома(VI)	9
Приложение В (информативное) Рабочие характеристики	12
Библиография	14

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией, объединяющей национальные органы по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов, как правило, ведется в технических комитетах ISO. Каждый комитет-член, заинтересованной в разработке теме, ради которой был образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в ее работе. ISO тесно сотрудничает с Международной Электротехнической Комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2, Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования международного стандарта требуется собрать не менее 75 % положительных голосов комитетов-членов, принявших участие в голосовании.

Обращается внимание на тот факт, что некоторые элементы настоящего документа могут являться предметом патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию части или всех подобных патентных прав.

ISO 23913 разработан Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

(standards.iteh.ai)

ISO 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

Введение

Методы, использующие процедуры жидкостной химической обработки с автоматическим анализом потока, особенно подходят к обработке многих веществ, определяемых при анализе в воде при больших сериях проб с высокой частотой анализа.

Анализ может выполняться путем инъекции потока (FIA) ^{[1], [2]} и анализом непрерывного потока (CFA). При обоих методах используется автоматическое дозирование пробы в проточную систему (патрубок), где вещество, определяемое при анализе в пробе, вступает в реакцию с растворами реактивов по пути прохождения через патрубок. Приготовление пробы может быть встроено в патрубок. Продукт реакции измеряется в детекторе потока (т.н. фотометр потока).

Необходимо исследовать, потребуют ли частные проблемы определения дополнительных предельных условий, и в какой степени.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23913:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0ece4d-2801-44bd-ba1b-fadb6036b080/iso-23913-2006>

Качество воды. Определение содержания хрома (VI). Метод анализа потока (FIA и CFA) и спектрометрическое обнаружение

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, применяющие данный международный стандарт должны быть хорошо знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не предназначен для решения всех проблем безопасности, если они имеются, связанных с его применением. Пользователь несет ответственность за установление правил по безопасности и здравоохранению и обеспечить соответствие со всеми национальными условиями регулирования.

ВАЖНО — Очень важно, чтобы испытания, проводимые согласно настоящему международному стандарту, выполнялись соответствующим образом подготовленным персоналом.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает методы анализа инъекции потока (FIA) и анализа непрерывного потока (CFA) для определения хрома(VI) в различных типах воды. Метод применяется к следующим диапазонам концентраций текущей массы.

FIA: от 20 мкг/л до 200 мкг/л и от 200 мкг/л до 2 000 мкг/л для поверхностных вод, сточных и отработавших вод.

CFA: от 2 мкг/л до 20 мкг/л и от 20 мкг/л до 200 мкг/л для питьевой воды, грунтовых вод, поверхностных, сточных и отработавших вод.

Диапазон применения может меняться в зависимости от рабочих условий.

Этими методами можно анализировать морскую воду, изменив чувствительность и после адаптации реактива и калибровочных растворов к солености проб.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего документа. Для жестких ссылок применяется только цитируемое издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по сохранению и обработке проб воды*

ISO 8466-1, *Качество воды. Калибрование и оценка аналитических методов и определение рабочих характеристик. Часть 1. Статистический метод оценки линейной калибровочной функции*

3 Принцип

Хром(VI) вступает в реакцию с 1,5-дифенилкарбазидом (DPC), образуя красно-фиолетовый комплекс хром-1,5-дифенилкарбазон. Оптическая плотность этого комплекса измеряется при $544 \text{ нм} \pm 10 \text{ нм}$ (максимальная оптическая плотность при 544 нм).

4 Помехи

Восстановители, присутствующие в пробе, могут привести к отрицательному смещению концентрации хрома(VI).

Нитрит не мешает методу при условиях реакции.

Концентрации сульфида, превышающие 0,2 мг/л, мешают методу.

Окислители, применяемые для дезинфекции в производстве питьевой воды, такие как хлор, диоксид хлора, озон и пероксид не мешают методу анализа при условии, что их массовые концентрации не превышают концентраций, приведенных в Таблице 1.

Таблица 1 — Массовые концентрации дезинфицирующих веществ, не оказывающих значительного вмешательства при данных условиях измерения

Дезинфицирующее средство	Концентрация мг/л
Хлор	0,6
Диоксид хлора	0,4
Пероксид	0,2
Озон	0,1

Другие окислители, такие как пероксидуксусная кислота, или перманганат могут мешать определению хрома(VI). Это должно рассматриваться в результатах.

Высоко щелочные или буферные пробы могут вызвать отрицательное смещение. Такой результат можно проверить путем добавления 1 части кислотной смеси (5.5.1 или 5.5.2) к 3 частям пробы. Эта смесь должна иметь $pH < 1$. Иным способом, следует предварительно очищать пробы кислотами (HCl, H_2SO_4) до тех пор, пока упомянутое выше испытание не приведет к желаемым результатам.

Ионы железа (III) превышающие 10 мг/л мешают методам анализа. В диапазоне от 10 мг/л до 100 мг/л, ионы железа (III) могут привести к отрицательному смещению до 8 % включительно.

Окрашенные или мутные пробы могут вызвать смещение. Во избежание смещения следует измерить пробу снова, используя раствор 5.17 вместо 5.10 for для питающей линии "R2" на Рисунках от A.1 до A.3. Вычесть результат этого измерения y_s из выражения y в Уравнении (2).

5 Реактивы

Если не установлено иначе применяют химикаты аналитического качества.

5.1 Вода, соответствующая качеству 1, как определено в ISO 3696. Необходимо проверить контрольную величину хрома (см. 8.3).

5.2 Серная кислота, $\rho(H_2SO_4) = 1,84$ г/мл.

5.3 Ортофосфорная (фосфорная) кислота, $\rho(H_3PO_4) = 1,71$ г/мл.

5.4 Раствор поверхностно-активного вещества, водный эфир додецил полиэтиленгликоля, $[HO-(CH_2-CH_2O)_n C_{12}H_{21}]$, с массовой фракцией 30 %.

5.5 Кислотные смеси.

5.5.1 Кислотная смесь для FIA (анализа инъекции потока), (R1 на Рисунке А.1).

В мерную колбу емкостью 250 мл добавляют около 125 мл воды (5.1). Добавляют 29 мл серной кислоты (5.2) и 31 мл ортофосфорной кислоты (5.3), перемешивают и доводят до объема колбы водой (5.1).

Этот раствор подкисляет реакционную смесь, проходящую через детектор до необходимой величины $\text{pH} < 1$.

Раствор стабилен в течение 1 года, если хранится при комнатной температуре.

5.5.2 Кислотная смесь для CFA (анализ непрерывного потока), (R1 на Рисунках А.2 и А.3).

Добавляют 1 мл раствора поверхностно-активного вещества (5.4) к 200 мл кислотной смеси для FIA (5.5.1).

Раствор стабилен в течение 1 недели, если хранится при комнатной температуре.

5.6 1,5-дифенилкарбазид, $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$.

5.7 Ацетон, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$.

5.8 1-Пропанол, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$.

5.9 Бихромат калия, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

5.10 Раствор дифенилкарбазида, (R2 на Рисунках А.1 до А.3).

В химическом стакане вместимостью 250 мл растворяют 0,43 г 1,5-дифенилкарбазида (5.6) в 9 мл ацетона (5.7) и 9 мл 1-пропанола (5.8). Добавляют 125 мл 1-пропанола (5.8). Переносят смесь в мерную колбу вместимостью 250 мл и разводят до объема водой (5.1).

Раствор стабилен в течение 1 недели, если хранится в коричневой стеклянной бутылке от 2 °C до 6 °C.

Если выпадает осадок, раствор фильтруют.

ПРИМЕЧАНИЕ: Использование смеси ацетона и 1-пропанола позволяет повторно растворить осадки 1,5-дифенилкарбазида, происходящие при охлаждении. В литературе предлагаются несколько растворителей (ацетон, 1-пропанол, 2-пропанол, этанол, в комбинации с водой) для приготовления раствора дифенилкарбазида. Эти альтернативы также используются при условии, что растворы достаточно стабильны и имеют одинаковую концентрацию 1,5-дифенилкарбазида (5.6), как приведено в 5.10.

Все реактивные растворы тщательно дегазируются перед использованием для определений FIA, т.н. вакуумной фильтрацией.

5.11 Раствор носителя для систем FIA, (С на Рисунке А.1).

Используют воду (5.1).

Носитель и пробы должны иметь одинаковую кислотность. Для проб без предварительной консервации, это означает, что воду следует использовать в качестве носителя. Согласно библиографическим ссылкам [5] и [6] в видообразованиях хрома следует избегать кислотной консервации по причине низкого восстановления.

5.12 Основной раствор Хром(VI), $\rho [\text{Cr(VI)}] = 1\,000 \text{ мг/л}$.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Бихромат калия является канцерогеном.

Растворяют 2,829 г бихромата калия, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (5.9) в воде (5.1) в мерной колбе вместимостью 1 000 мл. Разводят до объема водой (5.1).

Раствор стабилен в течение 1 года, если хранится при комнатной температуре..

В 1 мл этого раствора содержится 1 мг Cr(VI).

ПРИМЕЧАНИЕ Растворы Хрома(VI) имеются в продаже и могут использоваться в данном международном стандарте.

5.13 Стандартный раствор I хрома(VI) , $\rho[\text{Cr(VI)}] = 10 \text{ мг/л}$.

Отмеряют пипеткой 1 мл основного раствора хрома(VI) (5.12) в мерную колбу вместимостью 100 мл. Разводят до объема водой (5.1).

Ежедневно готовят такой свежий раствор. Такой раствор может храниться в течение дня использования при комнатной температуре.

В 1 мл этого раствора содержится 10 мкг Cr.

5.14 Стандартный раствор II хрома(VI) , $\rho[\text{Cr(VI)}] = 1 \text{ мг/л}$.

Отмеряют пипеткой 10 мл стандартного раствора I хрома (VI) (5.13) в мерную колбу вместимостью 100 мл. Разводят до объема водой (5.1).

Ежедневно готовят такой свежий раствор. Такой раствор может храниться в течение дня использования при комнатной температуре.

Раствор стабилен в течение 1 недели, если хранится в коричневой стеклянной бутылке от 2 °C до 6 °C

5.15 Стандартный раствор III хрома(VI) , $\rho[\text{Cr(VI)}] = 0,1 \text{ мг/л}$.

Отмеряют пипеткой 10 мл стандартного раствора II хрома(VI) (5.14), в мерную колбу вместимостью 100 мл. Разводят до объема водой (5.1).

Ежедневно готовят такой свежий раствор. Такой раствор может храниться в течение дня использования при комнатной температуре.

В 1 мл этого раствора содержится 0,1 мкг Cr.

5.16 Градуировочные растворы.

Градуировочные растворы готовят, разводя растворы 5.13 и 5.15 в соответствии с требуемым диапазоном. Примеры см. в Таблицах 2, 3 и 4. На рабочий диапазон рекомендуется не менее пяти градуировочных эталонов.

Таблица 2 — Пример приготовления 10 градуировочных растворов на диапазон от 2 мкг/л до 20 мкг/л Cr

Миллилитры стандартного раствора хрома(VI) III (5.15), разведенного до 100 мл	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Концентрация хрома в градуировочных растворах в микрограммах на литр, мкг/л	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20

Таблица 3 — Пример приготовления 10 ных растворов на диапазон от 20 мкг/л до 200 мкг/л Cr

Миллилитры стандартного раствора хрома(VI) II (5.14), разведенного до 100 мл	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Концентрация хрома в градуировочных растворах в микрограммах на литр, мкг/л	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200

Таблица 4 — Пример приготовления 10 градуировочных растворов на диапазон от 200 мкг/л до 2000 мкг/л Cr

Миллилитры стандартного раствора хрома(VI) I (5.13), разведенного до 100 мл	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Концентрация хрома в градуировочных растворах в микрограммах на литр, мкг/л	200	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800	2000

Градуировочные растворы готовят ежедневно. Такие растворы могут храниться в течение дня использования при комнатной температуре.

5.17 Раствор для измерения собственной оптической плотности проб (необязательный, для окрашенных или мутных проб).

В мерной колбе вместимостью 250 мл смешивают 9 мл ацетона (5.7), 9 мл 1-пропанола (5.8) и 125 мл 1-пропанола (5.8). Разбавляют до объема водой (5.1).

Смесь стабильна в течение 1 месяца, если хранится от 2 °C до 6 °C.

6 Аппаратура

Применяется обычная лабораторная аппаратура, в частности следующая.

6.1 Анализ инъекции потока (FIA).

Система обычно состоит из следующих компонентов (см. Рисунок А.1):

6.1.1 Контейнеры с реактивами.

6.1.2 Насос с низкой пульсацией потока с соответствующими насосными трубками.

6.1.3 Патрубок с трансмиссионным трубопроводом, имеющий внутренний диаметр от 0,5 мм до 0,8 мм, соединители и тройники, изготовленные из химически инертных материалов.

6.1.4 Фотометрический детектор течения потока, длина волны (544 ± 10) нм, максимальная длина волны 544 нм.

6.1.5 Устройство отображения данных, типа персонального компьютера, принтера или плоттера; в общем, оценивающее высоту пика сигналов.

6.1.6 Устройство для смены проб, если требуется.

6.2 Анализ непрерывного потока (CFA).

Обычно система состоит из следующих компонентов (см. Рисунки А.2 и А.3):

6.2.1 Пробоотборник или другое устройство, для воспроизводимого введения пробы.

6.2.2 Контейнеры с реактивами.

6.2.3 Перистальтический насос, и соответствующими насосными трубками, инертными к используемым реактивам.

6.2.4 Термостатированный змеевик, только для определения суммы хрома(VI) и хрома (III).

6.2.5 Патрубок, с воспроизводимым введением газовых пузырьков, введением пробы и реактива и компонентов химически инертных материалов.

6.2.6 Фотометрический детектор течения потока, длина волны (544 ± 10) нм.

6.2.7 Устройство отображения данных, типа персонального компьютера, принтера или плоттера; в общем, оценивающее высоту пика сигналов.

ПРИМЕЧАНИЕ На рисунках А.2 и А.3 показаны системы CFA, имеющие внутренний диаметр трубки 2 мм (называемые “макропоток”). Могут применяться и другие диаметры трубок (т.н. 1 мм; называемые “микропоток”) до тех пор, пока скорости находятся в одинаковой пропорции и достигаются скорости восстановления, указанные в 8.2.