

**«МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ
ОБЩЕГО ФОСФОРА И ФОСФОРА ФОСФАТОВ В
ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ
И СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ»**

АКТУАЛЬНОСТЬ:

ФОСФОР СТИМУЛИРУЕТ РОСТ РАСТЕНИЙ (ЭВТРОФИКАЦИЯ) В РУЧЬЯХ, ОЗЕРАХ, РЕКАХ И ОКЕАНЕ. ЗНАЧИТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ФОСФОРА, СОДЕРЖАЩЕГОСЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДОЕМАХ, ПОПАДАЕТ В НИХ СО СТОЧНЫМИ ВОДАМИ. В СВЯЗИ С ГЛОБАЛИЗАЦИЕЙ ПРОБЛЕМЫ ЭВТРОФИКАЦИИ ВОЗРАСТАЕТ НЕОБХОДИМОСТЬ УДАЛЕНИЯ ФОСФОРА ИЗ СТОЧНЫХ ВОД. ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА В ВОДЕ ПРИМЕНЯЕТСЯ НАШ МЕТОД.

ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

ДЛЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ, НЕОБХОДИМО ПОДГОТОВИТЬ РАСТВОРЫ:

1. РАСТВОР СЕРНОЙ КИСЛОТЫ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 23 %.
2. РАСТВОР АММОНИЯ МОЛИБДЕНОВОКИСЛОГО С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 3 %.
3. РАСТВОР АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 2,2 %.
4. РАСТВОР КАЛИЯ АНТИМОНИЛВИННОКИСЛОГО С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 0,068 %.

СМЕШАННЫЙ РЕАКТИВ.

ИЗ ПОЛУЧЕННЫХ РАСТВОРОВ СМЕШИВАЮТ 0,5 ЧАСТИ РАСТВОРА СЕРНОЙ КИСЛОТЫ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 23 % С 0,2 ЧАСТЯМИ РАСТВОРА АММОНИЯ МОЛИБДЕНОВОКИСЛОГО, 0,2 ЧАСТИ РАСТВОРА АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ И 0,1 ЧАСТЬ РАСТВОРА АНТИМОНИЛВИННОКИСЛОГО КАЛИЯ - ПОЛУЧАЕМ СМЕШАННЫЙ РАСТВОР.



ГРАДУИРОВОЧНЫЕ РАСТВОРЫ

ИЗ ОЧИСТНЫХ СООРУЖЕНИЙ ОТБИРАЕТСЯ НЕКОТОРОЕ КОЛИЧЕСТВО ПРОБ. ПЕРВЫЙ ГРАДУИРОВОЧНЫЙ РАСТВОР С МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИЕЙ ФОСФОРА РАВНОЙ НУЛЮ ЯВЛЯЕТСЯ ХОЛОСТОЙ ПРОБОЙ. В ОСТАЛЬНЫЕ ПРОБЫ ДОБАВЛЯЕТСЯ СМЕШАННЫЙ РАСТВОР. В ПРОЦЕССЕ ДОБАВЛЕНИЯ РАСТВОР ИЗМЕНЯЕТ ЦВЕТ. ЧЕМ БОЛЬШЕ СОДЕРЖАНИЕ ФОСФОРА, ТЕМ БОЛЕЕ СИНИМ СТАНОВИТСЯ РАСТВОР.



ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ЗАВИСИМОСТИ.

СПУСТЯ 15 МИНУТ ПОСЛЕ ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ИЗМЕРЯЮТ ОПТИЧЕСКУЮ ПЛОТНОСТЬ ПОЛУЧЕННЫХ РАСТВОРОВ НА СПЕКТРОФОТОМЕТРЕ ИЛИ ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРЕ ПРИ $\lambda = (690 \pm 20)$ НМ В КЮВЕТЕ С РАБОЧЕЙ ДЛИНОЙ 2,5; 3 ИЛИ 5 СМ ОТНОСИТЕЛЬНО ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ ВОДЫ. ИЗМЕРЕНИЕ ОПТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ ПОВТОРЯЮТ 2 - 3 РАЗА, ВЫЧИСЛЯЮТ СРЕДНЕЕ ЗНАЧЕНИЕ ОПТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ ДЛЯ КАЖДОГО РАСТВОРА. ОПРЕДЕЛЯЮТ ГРАДУИРОВОЧНУЮ ЗАВИСИМОСТЬ ОПТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ (D) ОТ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОСФОРА В ГРАДУИРОВОЧНЫХ РАСТВОРАХ (C).

РАССЧИТЫВАЮТ КОЭФФИЦИЕНТ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ЗАВИСИМОСТИ (K):

$$K = \frac{\sum_{i=1}^n C_i \cdot \Delta D_i}{\sum_{i=1}^n \Delta D_i^2}$$

ГДЕ: $\Delta D_i = D_i - D_{\text{хол}}$,

D_i - ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ ГРАДУИРОВОЧНЫХ РАСТВОРОВ,

$D_{\text{хол}}$ - ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ ХОЛОСТОЙ ПРОБЫ.

КОНТРОЛЬ ПРАВИЛЬНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ЗАВИСИМОСТИ ПРОВОДЯТ ПО МАКСИМАЛЬНОМУ ОТКЛОНЕНИЮ $K_1 = C_1 / \Delta D_1$ ОТ K .

РЕЗУЛЬТАТЫ КОНТРОЛЯ ПРИЗНАЮТСЯ УДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНЫМИ, ЕСЛИ ВЫПОЛНЯЕТСЯ УСЛОВИЕ:

$|K_1 - K| / K \leq 0,25$, В ДИАПАЗОНЕ ОТ 0,025 ДО 0,1 МГ / ДМ³;

$|K_1 - K| / K \leq (0,015 + 0,1 \cdot C_1) / C_1$, В ДИАПАЗОНЕ СВ. 0,1 ДО 0,4 МГ / ДМ³.

СПЕКТРОФОТОМЕТР ПЭ-5400УФ



ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

РАСЧЕТ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ФОСФОРА ИЛИ ФОСФОРА ФОСФАТОВ, C_p , МГ/ДМ³, ПРОВОДЯТ ПО ФОРМУЛЕ:

$$C_p = \frac{K_{гр} \cdot \Delta D \cdot 50}{V},$$

- ГДЕ: $K_{гр}$ - КОЭФФИЦИЕНТ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ЗАВИСИМОСТИ;
- ΔD - ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ АНАЛИЗИРУЕМОЙ ПРОБЫ ЗА ВЫЧЕТОМ ХОЛОСТОЙ ПРОБЫ;
- V - ОБЪЕМ АЛИКВОТЫ ПРОБЫ, ВЗЯТОЙ ДЛЯ АНАЛИЗА, СМ³.

ПРИ НЕОБХОДИМОСТИ ВЫРАЖЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТА АНАЛИЗА СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА ФОСФАТОВ В ВИДЕ ФОСФАТ-ИОНОВ, ПОЛУЧЕННЫЙ РЕЗУЛЬТАТ НЕОБХОДИМО УМНОЖИТЬ НА КОЭФФИЦИЕНТ ПЕРЕСЧЕТА РАВНЫЙ 3,07.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ФОСФОРА ИЛИ ФОСФОРА ФОСФАТОВ В ДОКУМЕНТАХ, ПРЕДУСМАТРИВАЮЩИХ ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ, ПРЕДСТАВЛЯЮТ В ВИДЕ:

$$C \pm \Delta, \text{ МГ/ДМ}^3,$$

- ГДЕ: Δ - АБСОЛЮТНАЯ ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ФОСФОРА ИЛИ ФОСФОРА ФОСФАТОВ, МГ/ДМ³

ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ

Погрешность результатов измерений не должна превышать приведенных в таблице значений.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов (фосфат-ионов) в пробах сточных вод, C , мг/дм ³	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$), $\pm\Delta$, мг/дм ³
от 0,1 до 10 включ. (от 0,3 до 31 включ.)	$0,03 + 0,2 \cdot C$
св. 10 до 1000 включ. (св. 31 до 3100 включ.)	$0,2 \cdot C$

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора в пробах питьевой и природной воды, C , мг/дм ³	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$), $\pm\Delta$, мг/дм ³
от 0,013 до 0,1 включ.	$0,5 \cdot C$
св. 0,1 до 10 включ.	$0,03 + 0,2 \cdot C$
св. 10 до 1000 включ.	$0,2 \cdot C$

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ