Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации алюминия

ГОСТ 18165—89

Drinking water.
Method for determination of aluminium mass concentration

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения массовой концентрации алюминия (всех его форм: иона алюминия, тонкой взвеси гидроксида, комплексных соединений с алюминоном).

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном лак оранжево-красного цвета, представляющий собой комплексное соединение. Реакция осуществляется в слабокислом растворе при pH 4,50—4,65 в присутствии сульфата аммония в качестве стабилизатора окраски лака, которая фотометрируется при длине волны 525—540 нм.

Предел обнаружения алюминия с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет 0,02 мг/дм^3 при объеме пробы 25 см^3. Диапазон измеряемых концентраций 0,04—0,56 мг/дм^3.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы отбирают по ГОСТ 24481*.

1.2. Объем пробы воды для двух параллельных определений должен быть не менее 100 см^3.

1.3. Пробу сразу консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты из расчета 3 см^3 на 1000 см^3 пробы и анализируют не ранее чем через 15—20 мин. Пробу хранят не более 3 сут.

1.4. В тех случаях, когда анализируют фторированную питьевую воду, пробу отбирают до введения фторирующего реагента.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр лабораторный или спектрофотометр, обеспечивающие измерение оптической плотности при длине волны $\lambda = 525—540$ нм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104**, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

pH-метр любой модели.

Баня песчаная или электроплитка по ГОСТ 14919.

Колбы 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн—2—50 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4—1—1, 4—1—2, 5—1—1, 5—1—2, 6—1—5, 6—1—10, 6—1—25, 7—1—5, 7—1—10, 7—1—25 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 2—100, 2—250 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329.

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ТУ 6—09—5205.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Натрий уксуснокислый, 3—водный кристаллический по ГОСТ 199.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат) по ГОСТ 27068.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Кислота аскорбиновая по ТУ 64—5—96.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (плотность 1,19 г/см^3).

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Для проведения анализа применяют реактивы не ниже квалификации «чистые для анализа» (ч. д. а.).

Допускается использование импортных посуды и приборов с метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не ниже указанных в стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного градуировочного раствора массовой концентрации алюминия 0,1 мг/см^3

Растворяют 1,758 г двенадцативодных алюмокалиевых квасцов в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в 400—500 см^3 дистиллированной воды с добавлением 3 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводя раствор до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке с хорошо пригнанной пробкой не более 3 мес.

3.2. Приготовление рабочего градуировочного раствора массовой концентрации алюминия 0,01 мг/см^3

Раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 раз. 10,0 см^3 основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки подкисленной дистиллированной водой (3 см^3 концентрированной соляной кислоты на 1000 см^3 дистиллированной воды). Раствор устойчив неделю.

3.3. Приготовление концентрированного ацетатного буферного раствора (pH = 4,9±0,1)

400 г трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют его при небольшом нагревании в 400—500 см^3 дистиллированной воды. Охлаждают раствор, приливают 155 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; pH раствора контролируют потенциометрически и при необходимости доводят

pH до 4,9, прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия или уксусной кислоты. При хранении в холодильнике буферный раствор устойчив не более 3 мес.

3.4. Приготовление разбавленного ацетатного буферного раствора (pH = 4,9±0,1)

Концентрированный буферный раствор разбавляют в 10 раз дистиллированной водой. pH раствора контролируют потенциометрически. При необходимости доводят pH до 4,9, прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия. Раствор устойчив в течение 1 мес при хранении в холодильнике.

3.5. Приготовление раствора гидроокиси натрия

40 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде, не содержащей углекислоты, и объем доводят до 100 см³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

3.6. Приготовление раствора алюминона

0,500 г алюминона растворяют в 125 см³ нагретой до кипения дистиллированной воды, раствор охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 125 см³ разбавленного ацетатного буферного раствора. Раствор алюминона готов к использованию сразу. В темной герметично закрытой склянке он устойчив при хранении в холодильнике не более 3 мес.

3.7. Приготовление раствора сульфата аммония

50,0 г сульфата аммония растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

3.8. Приготовление реакционной смеси

Смешивают в соотношении 1:2:22 объемные части растворов сульфата аммония, алюминона и разбавленного ацетатного буферного раствора. Раствор в темной герметично закрытой склянке устойчив не менее 1 мес. В день анализа в необходимом объеме реакционной смеси растворяют аскорбиновую кислоту по 30 мг на каждые 25 см³ смеси.

Пример. На общий объем смеси 250 см³, необходимый на 10 определений алюминия, берут 10 см³ раствора сульфата аммония, 20 см³ раствора алюминона, 220 см³ разбавленного буферного раствора и 300 мг аскорбиновой кислоты.

3.9. Приготовление раствора серноватистокислого натрия, 0,01 моль/дм³

Раствор готовят из фиксанала с последующим разбавлением раствора в 10 раз дистиллированной водой.

3.10. Приготовление раствора надсернокислого аммония

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа из расчета 5,0 г соли на 10 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли.

3.11. Построение градуировочного графика

В мерные колбы или конические колбы вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,7; 1,0 и 1,4 см³ рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0 и 14,0 мкг алюминия или в расчете на 25 см³ анализируемой пробы 0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,28; 0,40 и 0,56 мг/дм³ алюминия, добавляют соответственно 25,0; 24,9; 24,8; 24,6; 24,3; 24,0 и 23,6 см³ подкисленной дистиллированной воды (3 см³ соляной кислоты на 1000 см³ дистиллированной воды), перемешивают и приливают по 25,0 см³ реакционной смеси. Перемешивают и через 25—30 мин измеряют оптическую плотность растворов при 540 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 30 мм относитель-

но нулевого раствора. Определение повторяют еще два-три раза и вычисляют среднее значение оптических плотностей для каждого раствора. По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации алюминия в мг/дм³ или рассчитывают уравнение регрессии.

График следует проверять по трем-четырем точкам еженедельно и строить заново при использовании новой партии алюминона.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Мешающее влияние железа (III), образующего аналогично окрашенное соединение, устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой. При этом устраняется также влияние остаточного хлора при концентрации его до 0,5 мг/дм³.

При наличии в воде остаточного хлора более 0,5 мг/дм³ его влияние устраняется добавлением эквивалентного количества раствора серноватисто-кислого натрия.

4.2. В пробе воды, содержащей фториды (фосфаты и полифосфаты) в концентрациях не более 0,3 мг/дм³ и 0,2 мг/дм³ соответственно, а также не содержащей органических веществ (фульвокислот, аминополикарбоновых кислот), связывающих алюминий в прочные комплексы, алюминий определяется непосредственно. Для этого в мерную колбу или коническую колбу вместимостью 50 см³ помещают 25,0 см³ предварительно законсервированной пробы воды (если массовая концентрация алюминия больше предельно допустимой, равной 0,5 мг/дм³, то на анализ берут 10,0 или 5,0 см³, разбавляя пробу до 25 см³ подкисленной дистиллированной водой, приготовленной, как указано в п. 3.11). Приливают 25,0 см³ реакционной смеси и раствор перемешивают. В случае отсутствия реакционной смеси к 25,0 см³ пробы приливают 1 см³ сульфата аммония, добавляют 30 мг аскорбиновой кислоты, раствор перемешивают и приливают 2 см³ раствора алюминона. Раствор снова тщательно перемешивают и доводят до метки разбавленным ацетатным буферным раствором.

Одновременно готовят нулевой раствор (см. п. 3.11) и далее измеряют оптическую плотность, как при построении градуировочного графика.

4.3. При содержании фторидов более 0,3 мг/дм³, фосфатов и полифосфатов более 0,2 мг/дм³, а также при наличии органических веществ для устранения их мешающего влияния пробу воды предварительно обрабатывают надсернокислым аммонием. Для этого 25,0 см³ (или меньше) пробы помещают в термостойкий стакан вместимостью 50 см³, приливают 0,5 см³ свежеприготовленного раствора надсернокислого аммония и выпаривают пробу до белых густых паров серной кислоты (почти досуха). Стакан охлаждают, обливают стенки небольшим количеством дистиллированной воды и выпаривание повторяют. К влажному остатку после охлаждения порциями приливают 25 см³ подкисленной дистиллированной воды, приготовленной, как указано в п. 3.11. Раствор каждый раз перемешивают и переносят в мерную колбу или коническую колбу вместимостью 50 см³. Нейтрализуют избыточную кислотность раствором гидроокиси натрия до pH ~ 2 (обычно требуется 1—2 капли раствора гидроокиси натрия) и добавляют затем 25,0 см³ реакционной смеси. Измеряют оптическую плотность раствора, как описано выше, и из полученного результата вычитают

оптическую плотность холостой пробы. Холостую пробу получают, обрабатывая аналогично надсернокислым аммонием 25,0 см³ подкисленной дистиллированной воды.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По градуировочному графику или по уравнению регрессии находят (непосредственно или с учетом разбавления, если анализировалась проба объемом менее 25,0 см³) массовую концентрацию алюминия в воде в мг/дм³. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

5.2. Погрешность определения, выраженная через относительное среднеквадратичное отклонение, при концентрации алюминия 0,15—0,1 мг/дм³ и менее составляет не более 25 %; при концентрации 0,2 мг/дм³ и более погрешность определения не выше 10 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.3. Относительное расхождение между результатами анализа параллельных проб (Δ_r) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta_r = \frac{2(C_1 - C_2)}{C_1 + C_2} \cdot 100,$$

где C_1 — больший результат из двух параллельных определений, мг/дм³;

C_2 — меньший результат из двух параллельных определений, мг/дм³.

Результат считают удовлетворительным, если Δ_r не превышает допускаемых значений относительного расхождения, равных с доверительной вероятностью $P = 0,95$ 70 % (2,77 · 25 %) при концентрации алюминия менее 0,15—0,1 мг/дм³ и не выше 28 % (2,77 · 10 %) при концентрации 0,2 мг/дм³ и более (2,77 — значение стьюдентизированного размаха при $P = 0,95$ и числе параллельных определений 2).

5.4. Систематическую составляющую погрешности (Δ_s) в процентах контролируют путем анализа проб с известной концентрацией алюминия и вычисляют по формуле

$$\Delta_s = \frac{\bar{c} - c_0}{c_0} \cdot 100,$$

где $\bar{c}$ — среднеарифметическое значение найденных концентраций алюминия, мг/дм³;

c_0 — действительная концентрация алюминия, мг/дм³.

5.5. Значение систематической составляющей погрешности должно быть не более 0,3 допускаемых значений относительного расхождения результатов анализа параллельных проб.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством жилищно-коммунального хозяйства РСФСР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.11.89 № 3475**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 18165—81**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2	ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 199—78	2	ГОСТ 20478—75	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 3769—78	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 27068—86	2
ГОСТ 4329—77	2	ГОСТ 29227—91	2
ГОСТ 6709—72	2	ТУ 6—09—5205—85	2
		ТУ 64—5—96—84	2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru