Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания полифосфатов

ГОСТ 18309—72

Drinking water.
Method for determination of polyphosphates content

Дата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает колориметрический метод определения полифосфатов.

Метод основан на гидролизе полифосфатов в кислой среде, при котором они переходят в растворенные ортофосфаты, определяемые колориметрическим методом в виде фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в синий цвет. В отдельной пробе определяют ортофосфаты, первоначально бывшие в воде, содержание которых вычитают из результата, полученного при определении полифосфатов. Чувствительность метода составляет 0,01 мг/дм^3.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874* и ГОСТ 24481**.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания полифосфатов должен быть не менее 500 см^3.

1.3. Пробы воды отбирают в хорошо выщелоченные склянки с притертыми пробками.

1.4. Если анализ в день отбора проб не проведен, воду консервируют добавлением 2—4 см^3 хлороформа на 1 дм^3 воды.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр, кюветы с толщиной рабочего слоя 2—3 см.

Термостат с регулятором температуры.

Плитка электрическая.

Фильтр бумажный «синяя лента».

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169 вместимостью: колбы мерные 50, 100 и 1000 см^3, пипетки мерные 1—2 см^3 с делениями 0,01 см^3, 5—10 см^3 с делениями 0,1 см^3; пипетки мерные 5, 10, 20, 50 и 100 см^3 без делений.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

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

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.
Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.
Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198.
Кислота соляная по ГОСТ 3118.
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Олово двухлористое по ТУ 6—09—5384.
Кислота сульфаминовая.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Вся посуда должна быть обработана горячей соляной кислотой и тщательно промыта дистиллированной водой.
Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия

0,7165 г KH_2PO_4, х. ч., предварительно высушенного в термостате в течение 2 ч при 105 °С, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ дистиллированной водой и доводят объем раствора до метки, добавляют 2 см³ хлороформа. 1 см³ раствора содержит 0,5 мг PO_4^{3-}.

3.2. Приготовление I рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия

10 см³ основного раствора доводят до 1 дм³ дистиллированной водой. 1 см³ раствора содержит 0,005 мг PO_4^{3-}.

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.3. Приготовление II рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия

50 см³ I рабочего раствора доводят до 250 см³ дистиллированной водой. 1 см³ раствора содержит 0,001 мг PO_4^{3-}.

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.4. Приготовление молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор)

25 г $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ растворяют в 600 см³ дистиллированной воды. К этому раствору осторожно, охлаждая, добавляют 337 см³ концентрированной 98 %-ной серной кислоты. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 дм³. Раствор хранят в бутыли из темного стекла с притертой пробкой. Пользоваться реактивом можно через 48 ч после приготовления.

3.5. Приготовление молибденовокислого аммония (реактив II, слабокислый раствор)

10 г $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ растворяют в 400 см³ дистиллированной воды и добавляют 7 см³ концентрированной 98 %-ной серной кислоты. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли в темном месте. Устойчив около 3 мес. Пользоваться реактивом можно через 48 ч после приготовления.

3.6. Приготовление 37 %-ного раствора серной кислоты

337 см³ концентрированной 98 %-ной серной кислоты осторожно смешивают, приливая небольшими порциями к 600 см³ дистиллированной воды. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 дм³.

3.7. Приготовление основного раствора двухлористого олова

1,95 г кристаллического невыветренного $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ растворяют в 50 см³ 13,6 %-ной соляной кислоты (18,4 см³ 37 %-ной HCl, не содержащей мышьяка, доводят до 50 см³ дистиллированной водой). Суспензию тщательно перемешивают, хранят в склянке, покрытой внутри слоем парафина. Перед употреблением суспензию хорошо перемешивают. Суспензия может быть применена непосредственно после приготовления.

3.8. Приготовление рабочего раствора двухлористого олова

2,5 см³ основного раствора (суспензия) доводят дистиллированной водой до 10 см³.

Необходимо применять свежеприготовленный раствор. Раствор устойчив около 4 ч.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению мешают железо при концентрации, превышающей 1 мг/дм³, растворимые силикаты более 25 мг/дм³, нитриты. Влияние железа и силикатов устраняется соответствующим разбавлением исследуемой воды. Влияние нитритов при концентрации до 25 мг/дм³ устраняется добавлением к пробе 0,1 г сульфаминовой кислоты NH_2SO_2OH, которая вносится до добавления к пробе молибденовокислого аммония.

4.2. Определение ортофосфатов

В 50 см³ исследуемой воды (без разбавления можно определить не более 0,4 мг/дм³ PO_4^{3-}), профильтрованной через плотный бумажный фильтр «синяя лента», вносят те же реактивы и в той же последовательности, что и в образцовые растворы. Оптическая плотность раствора определяется электрофотоколориметром. Концентрация ортофосфатов устанавливается по калибровочному графику.

4.3. Определение полифосфатов

К 100 см³ исследуемой воды, профильтрованной через плотный бумажный фильтр, или к меньшему объему, доведенному до 100 см³ дистиллированной водой, добавляют 2 см³ 37 %-ного раствора серной кислоты и кипятят 30 мин. Объем исследуемой воды поддерживают добавлением дистиллированной воды в пределах 50—90 см³. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем дистиллированной водой до метки. Добавляют 1 см³ слабокислого раствора молибденовокислого аммония (реактив II), перемешивают и через 5 мин приливают 0,1 см³ рабочего раствора двухлористого олова, затем снова перемешивают. Через 10—15 мин измеряют интенсивность окраски электрофотоколориметром.

4.4. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см³ рабочего стандартного раствора фосфорнокислого калия (1 см³ — 0,001 мг PO_4^{3-}) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержание полифосфатов в образцовых растворах будет соответственно равно: 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 мг PO_4^{3-} в 1 дм³ воды. В каждую колбу добавляют точно 1 см³ молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор), перемешивают и через 5 мин микропипеткой вносят 0,1 см³ рабочего раствора двухлористого олова и перемешивают. Интенсивность окраски изме-

ряют через 10—15 мин фотоэлектроколориметром, пользуясь красным светофильтром (λ = 690—720 нм) и кюветами с толщиной слоя 2—3 см. Из полученных значений оптических плотностей вычитают оптическую плотность контрольной пробы и результаты наносят на график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание неорганических растворенных ортофосфатов (X), мг/дм^3, определяют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — содержание ортофосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/дм^3;

50 — приведение объема исследуемой воды к 50 см^3;

V — объем исследуемой воды, взятый для определения, см^3.

5.2. Содержание гидролизующихся полифосфатов (X_1), мг/дм^3, определяют по формуле

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot 100}{V} - X,$$

где C_1 — содержание полифосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/дм^3;

100 — приведение объема исследуемой воды к 100 см^3;

V — объем исследуемой воды, взятый для определения, см^3.

Допустимое расхождение между повторными определениями полифосфатов — 0,01 мг/дм^3, если их содержание не превышает 0,07 мг/дм^3; при более высоком их содержании — 15 % отн.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.72 № 2356

2. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2874—82	1.1
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4198—75	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 29169—91	2
ГОСТ 29227—91	2
ТУ 6—09—5384—88	2

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2121

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru