МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения полиакриламида

ГОСТ 19355—85

Drinking water.
Methods for determination of polyacrylamide

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.86

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения массовой концентрации полиакриламида: адсорбционно-фотометрический метод для определения в диапазоне 0,5—3 мг/дм³ и седиментационный метод — при массовой концентрации полиакриламида 0,02—0,1 мг/дм³. Для определения полиакриламида в диапазоне 0,1—0,5 мг/дм³ используется седиментационный метод с предварительным разбавлением пробы.

1. АДСОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Сущность метода

Метод основан на щелочном гидролизе полиакриламида, адсорбции образующейся полиакриловой кислоты карбонатом кальция с последующим комплексообразованием полиакриловой кислоты с красителем метиленовым голубым, элюировании сорбированного количества красителя водой и измерении оптической плотности водного раствора при $\lambda = 630—670$ нм. Предел обнаружения полиакриламида 0,2 мг/дм³. Диапазон измерения массовой концентрации полиакриламида 0,5—3 мг/дм³. Погрешность определения для всего диапазона ±25 % для принятой вероятности $P = 0,95$.

Мешающее влияние катионов кальция, магния и тяжелых металлов устраняют добавлением трилона Б (комплексона III).

1.2. Отбор проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481*. Объем пробы должен быть не менее 100 см³. Пробы не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

1.3. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы аналитические лабораторные по ГОСТ 24104**, класс точности 1, 2.

Фотоэлектроколориметр любой модели ($\lambda = 630—670$ нм).

Кюветы с толщиной слоя 20 мм.

Электромешалка с частотой вращения 400—800 об/мин.

Мешалка магнитная любой модели.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000 (здесь и далее).
** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Центрифуга с частотой вращения 2000—3000 об/мин.

Баня водяная любой модели.

Колонка стеклянная с краном и впаянным стеклянным пористым фильтром № 1; высота колонки 200 мм, диаметр 13 мм (см. чертеж); изготовляется в стеклодувной мастерской.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100; 50 и 1000 см³.

Пипетки мерные по ГОСТ 29227, вместимостью 5 и 2 см³.

Пипетки без делений по ГОСТ 29169, вместимостью 50, 25, 20 и 10 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336, вместимостью 200 и 400 см³.

Воронки делительные по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см³.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336.

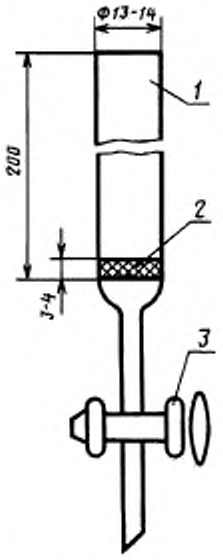
Пробирки центрифужные вместимостью 15—20 см³.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 25336.

Фильтры мембранные с размером пор 3—5 мкм, № 6 (предварительные) или фильтры бумажные «синяя лента».



1 — колонка стеклянная; *2* — пластинка стеклянная пористая; *3* — кран

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч. д. а.

Соль динатриевая этилендиамин-*N*, *N*, *N′*, *N′*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Полиакриламид, гель.

Метиленовый голубой, индикатор, ч. д. а.

2,6-динитрофенол или тропеолин 00.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

1.4. Подготовка к анализу

1.4.1. Приготовление раствора трилона Б, 0,1 моль/дм³

Растворяют 37,22 г трилона Б в дистиллированной воде и разбавляют раствор в мерной колбе до 1000 см³.

1.4.2. Приготовление основного стандартного раствора полиакриламида, 0,25 %-ного

Раствор готовят из твердого полиакриламида, полученного высаливанием геля с помощью этилового спирта. Для этого сначала готовят приблизительно

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

0,5 %-ный раствор полиакриламида (в пересчете на 100 %-ное вещество) растворением навески геля (8 г) в дистиллированной воде (90 $см^3$) в стакане вместимостью 400 $см^3$ при использовании электромешалки. 50 $см^3$ полученного раствора помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$ и медленно, по каплям, используя делительную воронку, прибавляют 70—80 $см^3$ этилового спирта при непрерывном размешивании на магнитной мешалке. Выделившиеся хлопья полиакриламида декантацией отделяют от водно-спиртового раствора и затем сразу же растворяют с помощью магнитной мешалки в 50—60 $см^3$ дистиллированной воды до образования однородного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, ополаскивают стакан и доводят до метки дистиллированной водой. Полученный 0,25 %-ный раствор содержит приблизительно 2,5 мг полиакриламида в 1 $см^3$. Раствор можно хранить в холодильнике при $T = 5—7$ °С в течение 1 мес.

Для установления точной концентрации раствора полиакриламида отбирают 10,0 $см^3$ этого раствора в предварительно взвешенную и доведенную до постоянной массы бюксу, выпаривают раствор на водяной бане, высушивают остаток в течение 1 ч в сушильном шкафу при $T = 105$ °С, закрывают бюксу крышкой, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

1.4.3. Приготовление рабочего стандартного раствора полиакриламида массовой концентрации 50 мг/$дм^3$

Раствор № 1. 2,0 $см^3$ основного стандартного раствора полиакриламида медленно вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 1 $см^3$ этого раствора содержит 0,05 мг полиакриламида. Рабочий раствор можно хранить при $T = 5—7$ °С в течение 6—7 дней.

1.4.4. Приготовление основного раствора метиленового голубого, $1 \cdot 10^{-3}$ моль/$дм^3$

Предварительно краситель метиленовый голубой трижды перекристаллизовывают из этилового спирта. Для этого 2—5 г красителя растворяют в 50—100 $см^3$ этилового спирта при нагревании на водяной бане ($T = 60—70$ °С). Выделившиеся после охлаждения кристаллы метиленового голубого отделяют на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса и затем снова растворяют в новой порции подогретого этилового спирта. Эту операцию повторяют три раза. Перекристаллизованный метиленовый голубой сушат сначала на воздухе, затем в эксикаторе в течение 2—3 ч.

Для приготовления 1 10^{-3} моль/$дм^3$ раствора 320 г метиленового голубого растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 1000 $см^3$.

1.4.5. Приготовление рабочего раствора метиленового голубого, $1 \cdot 10^{-4}$ моль/$дм^3$

Основной раствор разбавляют в 10 раз дистиллированной водой. Раствор должен быть свежеприготовленным.

1.4.6. Раствор гидроокиси натрия, 10 %-ный, готовят растворением 10 г NaOH в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

1.4.7. Раствор серной кислоты, 0,5 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 500 $см^3$ дистиллированной воды, осторожно приливают 28 $см^3$ концентрированной серной кислоты, перемешивают и после охлаждения доводят раствор до метки дистиллированной водой.

1.4.8. Раствор азотной кислоты (1:1) готовят разбавлением одной части концентрированной кислоты одной частью дистиллированной воды.

1.4.9. Раствор индикатора 2,6-динитрофенола или тропеолина 00, 0,1 %-ный

0,1 г 2,6-динитрофенола или тропеолина 00 растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

1.4.10. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят последовательно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 $см^3$ рабочего стандартного раствора полиакриламида, доливают до метки питьевой водой, не содержащей полиакриламида, или речной водой, отобранной на водоочистных сооружениях до введения полиакриламида и отфильтрованной от взвешенных веществ через бумажный или мембранный фильтр, и тщательно перемешивают. Содержание полиакриламида в приготовленных растворах составляет соответственно 25, 50, 75, 100, 125 и 150 мкг (или 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 мг/$дм^3$). Эти растворы последовательно переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ и далее поступают так, как описано в п. 1.5. Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание полиакриламида 5—30 мкг, а по оси ординат — оптическую плотность. Оптическая плотность представляет собой среднее значение из трех повторно найденных значений для каждой точки градуировочного графика, расхождение между которыми не превышает 10 %.

При работе с новой партией полиакриламида необходимо градуировочный график построить заново.

1.5. Проведение анализа

50 $см^3$ пробы отбирают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 3,5 $см^3$ раствора трилона Б, 1 $см^3$ 10 %-ного раствора гидроокиси натрия, перемешивают и нагревают в кипящей водяной бане в течение 30 мин. Охлаждают раствор, прибавляют 2 капли раствора индикатора — 2,6-динитрофенола или тропеолина 00, нейтрализуют 0,5 моль/$дм^3$ раствором серной кислоты до исчезновения желтой окраски 2,6-динитрофенола или соответственно до появления слегка розовой окраски тропеолина 00 (расходуется 1,6—1,75 $см^3$ H_2SO_4), приливают еще 1 $см^3$ 0,5 моль/$дм^3$ раствора серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. pH полученного раствора колеблется в пределах 2—2,2.

Далее проводят сорбцию образовавшейся в результате гидролиза полиакриловой кислоты на углекислом кальции. Для получения равномерного слоя углекислого кальция в колонку (см. чертеж) сначала наливают дистиллированную воду, сливают ее приблизительно до $^1/_5$ высоты колонки, закрывают кран и всыпают 1 г порошка углекислого кальция. Открывают кран и одновременно струей воды из промывалки смывают порошок со стенок так, чтобы углекислый кальций равномерно осел на дно колонки. Затем осторожно по стенке выливают в колонку 20,0 $см^3$ гидролизованного раствора и проводят легкое отсасывание раствора с помощью водоструйного насоса в течение 1,5 мин. Колонку обмывают три раза небольшими порциями дистиллированной воды, после чего, не закрывая крана, пропускают через колонку при том же легком отсасывании 5,0 $см^3$ рабочего раствора метиленового голубого, не нарушая при этом слой сорбента. Остаток метиленового голубого отсасывают возможно полнее, когда жидкость под стеклянным пористым фильтром перестанет пениться. Все пропущенные через колонку жидкости отбрасывают.

Далее проводят десорбцию метиленового голубого. Для этого в колонку

вносят 12 см³ дистиллированной воды и, предварительно закрыв колонку резиновой пробкой, взбалтывают содержимое колонки несколько раз. После отстаивания раствор сливают через верх колонки в центрифужную пробирку и затем центрифугируют в течение 5 мин при 3000 об/мин. Измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 20 мм при $\lambda = 630—670$ нм по отношению к раствору холостого опыта, проведенного по той же схеме с 50 см³ питьевой воды, не содержащей полиакриламида, или воды, отобранной на сооружениях до введения полиакриламида и предварительно отфильтрованной от взвешенных веществ. Содержание полиакриламида в анализируемой пробе в микрограммах находят по градуировочному графику.

После каждого определения колонку промывают азотной кислотой (1:1) для удаления остатков метиленового голубого с пористого фильтра. Затем колонку промывают дистиллированной водой, после чего колонка готова к следующему определению.

1.6. Обработка результатов

Массовую концентрацию полиакриламида в воде C, мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 100 \cdot K}{V_1 \cdot V_2},$$

где m — количество полиакриламида, найденное по графику, мкг;

100 — вместимость мерной колбы, см³;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации рабочего раствора полиакриламида к массовой концентрации точно 50 мг/дм³; он равен уточненной концентрации основного раствора, деленной на 2500;

V_1 — объем пробы, взятый для анализа, 50 см³;

V_2 — объем аликвотной части, перенесенной в колонку для сорбции, 20 см³.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать допускаемого расхождения, равного ±25 % при массовой концентрации полиакриламида более 1 мг/дм³ и ±36 % при массовой концентрации 1 мг/дм³ и ниже при доверительной вероятности 0,95.

Допускаемое расхождение результатов A, %, вычисляют по формуле

$$A = \frac{2(P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \cdot 100,$$

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

2. СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на ускорении седиментации каолина, который вносят в воду, содержащую полиакриламид. Через 20 мин, после некоторого отстаивания суспензии каолина, фотоколориметрически измеряют остаточную мутность осветленного слоя анализируемой жидкости. Предел обнаружения полиакрил-

амида 0,01 мг/дм³. Диапазон измерения массовой концентрации полиакриламида 0,02—0,01 мг/дм³. Погрешность определения при массовой концентрации выше 0,03 мг/дм³ не более ±25 % при доверительной вероятности 0,95. При массовой концентрации 0,03 мг/дм³ и ниже погрешность определения 60 %.

Мешающее влияние солевого фона питьевой воды устраняют использованием фонового (холостого) раствора. Холостой раствор, на фоне которого строят градуировочный график, представляет собой воду, отобранную на водоочистных сооружениях до введения полиакриламида. Содержащиеся в воде взвешенные вещества удаляют фильтрованием через бумажный или мембранный фильтр.

2.2. Отбор проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481.

Объем проб должен быть 40—60 см³. Пробы воды не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

2.3. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр любой модели (λ = 540 нм).

Кюветы с толщиной слоя 5 мм.

Пробирки стеклянные градуированные по ГОСТ 25336, вместимостью 20 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 50 и 100 см³.

Пипетки мерные по ГОСТ 29227, вместимостью 20 и 1 см³.

Фильтры мембранные № 6 («предварительные»), диаметр пор 3—5 мкм или фильтры бумажные «синяя лента».

Прибор для фильтрования через мембранные фильтры с водоструйным насосом.

pH-метр любой модели.

Мешалка магнитная любой модели.

Баня водяная любой модели.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Весы технические.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336, вместимостью 200 и 400 см³.

Секундомер.

Каолин обогащенный для парфюмерной промышленности по ГОСТ 21285 или каолин обогащенный для кабельной промышленности по ГОСТ 21288.

Полиакриламид, гель.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Кальций хлористый, 6-водный, ч. д. а.

2.4. Подготовка к анализу

2.4.1. Приготовление основного стандартного раствора полиакриламида, 0,25 %-ного — по п. 1.4.2.

2.4.2. Приготовление рабочего стандартного раствора полиакриламида массовой концентрации 50 мг/дм³, раствор № 1 — по п. 1.4.3.

2.4.3. Приготовление рабочего стандартного раствора полиакриламида массовой концентрации 2,5 мг/дм³

Раствор № 2. 5,0 см³ рабочего стандартного раствора концентрации 50 мг/дм³ вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки фоновым (холостым) раствором и тщательно перемешивают. 1 см³ раствора содержит

2,5 мкг полиакриламида. Этот рабочий раствор готовят в день построения градуировочного графика и проведения анализа.

2.4.4. Приготовление фонового (холостого) раствора

Для приготовления фонового (холостого) раствора отбирают на водоочистных сооружениях речную воду до введения в нее полиакриламида и фильтруют ее через бумажный фильтр «синяя лента» или мембранный фильтр. Отфильтрованная вода должна быть прозрачной. pH воды должен быть 6—8. Концентрация кальция должна быть не менее 60 мг/дм³.

2.4.5. Приготовление раствора хлористого кальция

200 мг $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ растворяют в 100 см³ воды, не содержащей полиакриламида.

2.4.6. Приготовление суспензии каолина

Навеску каолина 1,0 г вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, предварительно смоченную 5—10 см³ фоновой воды, энергично взбалтывают, чтобы не было комочков каолина, и доводят фоновой водой до метки. Раствор используют 2—3 дня.

2.4.7. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят 0,2; 0,4; 0,8; 1,4; 2,0 см³ рабочего стандартного раствора полиакриламида № 2, доливают до метки фоновым (холостым) раствором, закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают содержимое, переворачивая колбы дном кверху 20 раз. Концентрация полиакриламида в полученных растворах равна соответственно 0,01; 0,02; 0,04; 0,07; 0,1 мг/дм³. Переносят по 19,0 см³ каждого раствора в градуированные пробирки вместимостью 20 см³ и последовательно в одну за другой через каждые 3 мин прибавляют по 1,0 см³ суспензии каолина, энергично встряхивая колбу каждый раз непосредственно перед отбором суспензии. Закрывают каждую пробирку пробкой и перемешивают смесь переворачиванием пробирки 10 раз. Ставят пробирку в штатив и включают секундомер. Через 20 мин из первой пробирки с помощью пипетки с надетой на нее резиновой грушей, не взбалтывая смесь, отбирают 5 см³ верхнего осветленного слоя жидкости, переносят ее в чистую пробирку, тщательно взбалтывают и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 5 мм с зеленым светофильтром (λ = 540 нм) по отношению к дистиллированной воде. Эта процедура, т. е. отбор осветленной жидкости, перемешивание и измерение оптической плотности, занимает около 3 мин. Ровно через 3 мин отбирают 5 см³ верхнего слоя жидкости из второй пробирки, переносят ее в чистую пробирку, взбалтывают и измеряют оптическую плотность. Через 3 мин после отбора жидкости из второй пробирки аналогичным образом отбирают 5 см³ жидкости из третьей пробирки и т. д., включая пробирку с холостой пробой, не содержащей полиакриламида.

Построение градуировочного графика повторяют дважды и за результат определения принимают среднеарифметическое двух значений оптической плотности. Расхождение между ними не должно превышать 10 %. Строят график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию полиакриламида в мг/дм³, по оси ординат — оптическую плотность. Построение градуировочного графика проводят всякий раз заново, когда определяют массовую концентрацию полиакриламида в анализируемой пробе.

2.5. Проведение анализа

Одновременно с построением градуировочного графика определяют массо-

вую концентрацию полиакриламида в анализируемой воде. Для этого в градуированную пробирку помещают 19,0 $см^3$ анализируемой воды, pH которой должен быть в пределах 6—8, концентрация кальция — не менее 60 $мг/дм^3$. Прибавляют 1,0 $см^3$ суспензии каолина и далее поступают так, как при построении градуировочного графика, повторяя определение оптической плотности два раза. По градуировочному графику находят массовую концентрацию полиакриламида.

В том случае, если концентрация кальция в анализируемой воде не достигает 60 $мг/дм^3$, во все пробирки градуировочного графика и в пробирку с анализируемой водой перед добавлением каолина приливают по 1,0 $см^3$ раствора хлористого кальция и растворы перемешивают. Далее анализ проводят так, как описано выше.

Если массовая концентрация полиакриламида в исследуемой пробе превышает 0,1 $мг/дм^3$, отбирают меньший объем пробы и разбавляют ее в мерной колбе вместимостью 50 $см^3$ до метки, затем отбирают 19,0 $см^3$ этого разбавленного раствора, переносят его в градуированную пробирку и определяют массовую концентрацию полиакриламида по описанной выше схеме.

2.6. Обработка результатов

Массовую концентрацию полиакриламида в воде C, $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m\,50\,K}{V},$$

где m — массовая концентрация полиакриламида, найденная по градуировочному графику, $мг/дм^3$;

50 — объем раствора в мерной колбе, $см^3$;

K — поправочный коэффициент для приведения концентрации рабочего раствора полиакриламида к массовой концентрации точно 50 $мг/дм^3$; он равен уточненной концентрации основного раствора, деленной на 2500;

V — объем пробы, взятый для анализа, $см^3$.

Если пробу предварительно не разбавляли, то

$$C = m\,K.$$

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать допускаемого расхождения, равного ± 27 % в середине и на верхней границе диапазона концентраций полиакриламида при доверительной вероятности 0,95; на нижней границе диапазона допускаемое расхождение результатов увеличивается до 80 %.

Допускаемое расхождение результатов A, %, вычисляют по формуле

$$A = \frac{2\,(P_1 - P_2)}{P_1 + P_2}\,100,$$

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.03.85 № 688

2. ВЗАМЕН ГОСТ 19355—74

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.3, 2.3
ГОСТ 4204—77	1.3
ГОСТ 4328—77	1.3
ГОСТ 4461—77	1.3
ГОСТ 4530—76	1.3
ГОСТ 5962—67	1.3, 2.3
ГОСТ 6709—72	1.3, 2.3
ГОСТ 10652—73	1.3
ГОСТ 21285—75	2.3
ГОСТ 21288—75	2.3
ГОСТ 24104—88	1.3
ГОСТ 24481—80	1.2, 2.2
ГОСТ 25336—82	1.3, 2.3
ГОСТ 29169—91	1.3
ГОСТ 29227—91	1.3, 2.3

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

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru