ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БЕРИЛЛИЯ

ГОСТ 18294—89

Издание официальное

БЗ 2—89/203

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.1.033 : 543.06 : 006.354 Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации бериллия

ГОСТ 18294—89

Drinking water. Method for determination of beryllium mass concentration

ОКСТУ 9109

Срок действия с 01.07.90
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает флуоресцентный метод определения массовой концентрации бериллия.

Метод основан на измерении интенсивности флуоресценции соединения, образующегося при взаимодействии бериллия с морином в щелочной среде.

Предел обнаружения бериллия с доверительной вероятностью $P=0,95$ составляет 0,05 мкг/дм^3 при объеме пробы 1000 дм^3, диапазон измерений без разбавления пробы составляет 0,05—1 мкг/дм^3.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 24481. Объем пробы воды для двух параллельных определений массовой концентрации бериллия должен быть не менее 2000 см^3. Пробу воды консервируют добавлением 3 см^3 концентрированной азотной кислоты плотностью 1,40 г/см^3 (в расчете на 1000 см^3 пробы).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Флуориметр любой марки с первичным светофильтром, выделяющим линию спектра 366 нм (светофильтры СЭС-10, УФС-2 и др.) и вторичным светофильтром, обеспечивающим пропускание максимума флуоресценции при длине волны 595 нм (светофильтры ЖС-17 и др.).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20—200 г.

Электроплитка.

Термостат.

Сито с сеткой по ГОСТ 6613 диаметром ячеек 0,1 мм.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Воронки Бюхнера по ГОСТ 9147.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$, 2-го класса точности.

Насосы водоструйные лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Пипетки мерные с делениями по ГОСТ 20292 вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, 2-го класса точности, исполнения 1, 2, 8.

Пробирки мерные П-2—10—0,1 ХС ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 50, 100, 500, 1000 $см^3$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$.

Мешалка магнитная.

Чаши выпарительные по ГОСТ 9147.

Фильтры беззольные «белая лента» диаметром 5, 7 и 11 см.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Бериллий сернокислый по ТУ 6—09—2561.

Железо (трехлористое 6-водное) по ГОСТ 4147, ч. д. а.

Кальций хлористый шестиводный по ТУ 6—09—3834.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,40 $г/см^3$, ч. д. а.

Кислота аскорбиновая.

Кислота борная по ГОСТ 9656, ч. д. а.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,83 $г/см^3$, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 $г/см^3$, ч. д. а.

Метиловый оранжевый по ТУ 6—09—5171.

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

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч. д. а.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, ч. д. а.

Силикагель технический КСК-Г по ГОСТ 3956.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

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

Морин.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага универсальная индикаторная.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,001 моль/дм^3

Растзор готовят из фиксанала серной кислоты разбавлением в 100 раз.

3.2. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3

100 см^3 концентрированной соляной кислоты приливают в 1 дм^3 дистиллированной воды. Устанавливают концентрацию раствора и разбавляют дистиллированной водой до концентрации 1 моль/дм^3.

3.3. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Раствор готовят десятикратным разбавлением раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 или из фиксанала.

3.4. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 1%.

1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

3.5. Приготовление раствора перекиси водорода с массовой долей 5%.

К 100 см^3 дистиллированной воды приливают 20 см^3 перекиси водорода с массовой долей 33%.

3.6. Приготовление раствора аммиака, с массовой долей 5%.

Раствор готовят разбавлением раствора аммиака с массовой долей 25% в пять раз дистиллированной водой.

3.7. Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 2 моль/дм^3.

80 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. Концентрацию проверяют по раствору соляной кислоты (1 моль/дм^3).

3.8. Приготовление рабочего раствора хлорного железа

24 г $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ растворяют в мерной колбе или измерительном цилиндре вместимостью 250 см^3 в дистиллированной воде, подкисленной 10 см^3 раствора соляной кислоты (1 моль/дм^3); 1 см^3 раствора содержит 20 мг Fe.

3.9. Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации эквивалента 0,4 моль/дм^3

75 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. Мутный раствор фильтруют.

3.10. Приготовление раствора хлористого кальция молярной концентрации эквивалента 5 моль/дм^3

550 г $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

3.11. Приготовление раствора уксуснокислого натрия молярной концентрации 4 моль/дм³.

545 г $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Мутный раствор фильтруют.

3.12. Приготовление ацетатного буферного раствора (pH 6,0)

Смешивают 50 см³ раствора уксуснокислого натрия (4 моль/дм³) и 60 см³ раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм³).

3.13. Приготовление боратного буферного раствора (pH=13,5)

28,6 г борной кислоты (H_3BO_3) и 96,0 г гидроокиси натрия растворяют последовательно в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

3.14. Приготовление комплексующего раствора

2,5 г лимонной кислоты и 5 г трилона Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³; растворяют примерно в 80 см³ дистиллированной воды. Если трилон Б не растворяется, прибавляют по каплям раствор гидроокиси натрия (2 моль/дм³) до растворения трилона Б, объем доводят до 100 см³ дистиллированной водой.

3.15. Приготовление спиртового раствора морина с массовой долей 0,02%

0,020 г морина растворяют в 100 см³ чистого этилового спирта; раствор хранят в темном месте. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

3.16. Приготовление силикагеля

Употребляемый для анализа силикагель КСК-Г должен иметь размер частиц 0,1—0,01 мм и не содержать железа.

Крупный силикагель размалывают и просеивают через сито 0,1 мм. Прошедший через сито силикагель помещают в стеклянный или полиэтиленовый сосуд достаточной высоты (стакан, цилиндр) и заливают водой до высоты 25 см от уровня поверхности силикагеля. Содержимое сосуда интенсивно взбалтывают и оставляют в покое. Через 20 мин взвесь декантируют и вновь заливают водой до высоты 25 см. Эту операцию повторяют до тех пор, пока сливаемая жидкость будет прозрачной (обычно бывает достаточно 3—4 сливаний). Оставшийся в сосуде силикагель будет иметь заданный размер зерен (0,1—0,01 мм). Затем силикагель очищают от железа обработкой горячим раствором соляной кислоты (1 моль/дм³) в течение 10—20 мин (на 100 г силикагеля берут 300—400 см³ кислоты). Отфильтровывают силикагель при помощи водоструйного насоса и проверяют фильтрат на содержание окисного железа. При наличии железа обработку силикагеля кислотой

повторяют до отрицательной реакции на железо (пользуются роданидным методом и др.).

Затем отмывают силикагель от соляной кислоты дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Промытый силикагель обрабатывают 5 мин при помешивании 300—400 $см^3$ ацетатного буфера (pH~6,0). После отстаивания раствор декантируют и силикагель вновь обрабатывают разбавленным ацетатным буфером, отфильтровывают при помощи водоструйного насоса, промывают два раза дистиллированной водой по 200 $см^3$, снимая каждый раз силикагель с воронки в стакан с водой. Промытый силикагель хорошо отсасывают от раствора на воронке, переносят в фарфоровые чашки и высушивают в термостате при 105—110°С.

3.17. Приготовление градуировочных растворов бериллия

Навеску 1,965 г сернокислого бериллия ($BeSO_4 \cdot 4\ H_2O$) растворяют в воде, содержащей 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты, и доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$. Получают основной градуировочный раствор массовой концентрации бериллия 100 мкг/$см^3$. Раствор хранится в склянке с пришлифованной пробкой. Срок хранения до трех месяцев.

Рабочий градуировочный раствор массовой концентрации бериллия 0,1 мкг/$см^3$ готовят разбавлением в 1000 раз основного градуировочного раствора путем трехкратного разбавления (10 $см^3$ более концентрированного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором серной кислоты (0,001 моль/$дм^3$). Этот раствор готовят в день проведения анализа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Бериллий концентрируют и отделяют от мешающих компонентов путем соосаждения гидроокиси бериллия с гидроокисью железа, растворения осадка и последующей сорбции бериллия силикагелем из раствора, содержащего трилон Б и избыток ионов кальция при pH 5,7—6,0. При избытке ионов кальция бериллий замещается последним в соединении с трилоном Б и сорбируется силикагелем. В то же время трилон Б удерживает в растворе элементы, мешающие определению бериллия (хром, медь, алюминий и др.).

В стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 $см^3$ помещают 1000 $см^3$ консервированной подкислением при отборе пробы исследуемой воды, добавляют 4—5 капель раствора перекиси водорода с массовой долей 5% и 1 $см^3$ раствора хлорного железа. (Если проба не консервировалась при отборе, в склянку с исследуемой водой приливают концентрированную азотную кислоту из

расчета 3 см³ на 1 дм³ анализируемой воды, тщательно перемешивают и после этого переносят пробу в термостойкий стакан и далее — по прописи методики).

Нагревают раствор до 70—80°С и при интенсивном перемешивании (с помощью магнитной мешалки) нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 5% до слабого запаха. Раствор должен иметь pH не выше 8 (проверка по универсальной индикаторной бумаге или потенциометрически, или по бумаге «рифан»).

Для получения плотного, хорошо фильтруемого осадка гидроокиси железа к раствору при помешивании прибавляют около 1,0 г силикагеля.

Дают осадку осесть. Осветленный раствор декантируют, отфильтровывают выпавшую гидроокись железа и силикагель через фильтр «белая лента» и промывают два—три раза подаммиаченной до pH 7—8 дистиллированной водой. Осадок гидроокиси железа и силикагеля смывают дистиллированной водой с неразвернутого фильтра в стакан вместимостью 100—150 см³ (объем раствора при этом должен составлять 25—40 см³), добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³) и нагревают раствор на плитке ($t \sim 60$°С) не доводя раствор до кипения, до полного растворения гидроокиси железа. Затем силикагель отфильтровывают через тот же фильтр, промывают два—три раза соляной кислотой (1 моль/дм³). Отработанный силикагель может быть повторно использован после регенерации, которая проводится также, как и очистка (см. п. 3.17).

К фильтрату прибавляют 5 см³ раствора трилона Б (0,4 моль/дм³), 2 см³ раствора хлористого кальция (5 моль/дм³) и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 5% до перехода зеленой окраски в желтую. Если прибавлен избыток аммиака (раствор становится розовым), подкисляют содержимое стакана раствором соляной кислоты (1 моль/дм³) до перехода розовой окраски в зеленую и вновь нейтрализуют аммиаком по каплям до появления желтой окраски.

Затем прибавляют 10 см³ ацетатного буфера, перемешивают в течение 1—2 мин. Отфильтровывают силикагель через фильт «желтая лента» и повторяют сорбцию бериллия в фильтрате с новой порцией силикагеля (около 0,5 г).

Затем снова отфильтровывают силикагель через тот же фильтр, на котором находится первая порция силикагеля. Промывают силикагель три-четыре раза дистиллированной водой, смывают силикагель с неразвернутого на воронке фильтра небольшим количеством дистиллированной воды в стаканчик вместимостью 50 см³, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³) и нагревают на плитке 5—10 мин, не доводя раствор до кипения. Отфильтровывают раствор с силикагелем через тот же фильтр в градуированную на 10 см³ пробирку вместимостью 15—20 см³, промывают

стаканчик и силикагель на фильтре небольшим количеством дистиллированной воды, доводя объем до 10 см³. Если объем раствора превысил 10 см³, его переносят в стаканчик, где находился силикагель, упаривают до 5 см³ и переливают в градуированную пробирку, доводя объем до 10 см³. Прибавляют 0,5 см³ свежеприготовленного раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 1%, 0,5 см³ раствора гидроокиси натрия (2 моль/дм³), 1 см³ комплексующего раствора, 0,20 см³ спиртового раствора морина с массовой долей 0,02% и 1 см³ боратного буферного раствора.

Флуоресценцию раствора измеряют через 5—10 мин, используя флуориметр. Яркость свечения развивается в течение 5—10 мин и затем медленно снижается. На протяжении первого часа она уменьшается на 5—10%.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Для построения градуировочного графика готовят шкалу рабочих градуировочных растворов. Для этого в ряд стаканов вместимостью по 1000 см³ отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 см³ рабочего градуировочного раствора бериллия, что соответствует 0,00; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40 мкг бериллия.

В каждый стакан приливают 1000 см³ дистиллированной воды, 3 см³ концентрированной азотной кислоты и далее анализируют по приведенной методике.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание бериллия в мкг, по оси ординат — показания прибора. График должен иметь прямолинейный характер.

Холостые пробы могут обладать незначительной флуоресценцией, обусловленной чистотой реактивов.

Построение градуировочного графика проводят в день анализа проб.

5.2. Массовую концентрацию бериллия (X) мкг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 1000}{V},$$

где m — масса бериллия в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем воды, используемый для анализа, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30%.

5.3. Нормы погрешности измерений при соблюдении требований настоящего стандарта соответствуют требованиям ГОСТ 27384. В диапазоне концентрации бериллия 0,05—0,1 мкг/дм³ норма точности составляет 80%.

5.4. Значение систематической составляющей погрешности измерений должно быть не более $^1/_3$ нормы точности (см. п. 5.3).

5.5. Точность измерений контролируют путем анализа зашифрованных (в том числе стандартных проб), включенных в каждую партию. Контрольные пробы должны составлять не менее 30% при количестве анализируемых рядовых проб более 15 и 100% — при меньшем количестве проб в партии. Стопроцентный контроль проводят также при решении вопроса оценки качества воды с целью возможности ее применения для питьевого водоснабжения при содержании массовой концентрации бериллия на уровне ПДК= =0,2 мкг/дм³ (ГОСТ 2874).

5.6. Расхождение между основным и контрольным результатами одной пробы (Δ_r) вычисляют по формуле

$$\Delta_r = \frac{c_1 - c_2}{c_1 + c_2} \cdot 100,$$

где c_1 — результат основного измерения;

c_2 — результат контрольного измерения.

Результат считают удовлетворительным, если фактическое значение Δ_r не превышает норму точности (см. п. 5.3).

5.7. Систематическую погрешность (Δ_s) контролируют по стандартным образцам (не реже двух раз в год, а также при смене оборудования и стандартных растворов) и вычисляют по формуле

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

при числе параллельных определений не менее 15,

где c — среднее значение измерений;

c_0 — аттестованное значение содержания бериллия.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством геологии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. К. Кирюхин, канд. хим. наук (руководитель темы); **И. Ю. Соколов**, канд. хим наук; **Л. В. Феньева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.03.89 № 520

3. **Срок первой проверки — 1994 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 18294—81**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2874—82	5.5
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3652—69	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3956—76	2
ГОСТ 4147—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 6613—86	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 9656—75	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 24481—80	1
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 27384—87	5.3
ТУ 6—09—2561—77	2
ТУ 6—09—5171—84	2
ТУ 6—09—3834—80	2

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Р. Н. Корчагина*

gost.e-ecolog.ru

5. 03.04.89 Подп. в печ. 12.05.89 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,60 уч.-изд. л.
Тир. 25 000 Цена 3 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 402