МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34790— 2021

# ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

## Определение содержания сероводорода и сульфидов фотометрическим методом с применением N,N-диметил-п-фенилендиамина

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Закрытым акционерным обществом «РОСА» (ЗАО «РОСА»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 октября 2021 г. № 144-ст)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|---|
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Казахстан | KZ | Казстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 ноября 2021 года № 1424-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34790—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Отбор и хранение проб . . . . . 2
4 Условия проведения измерений . . . . . 2
5 Сущность метода . . . . . 3
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы . . . . . 3
7 Подготовка к проведению измерений . . . . . 4
8 Установление градуировочных характеристик . . . . . 6
9 Контроль стабильности градуировочной характеристики . . . . . 7
10 Проведение измерений . . . . . 7
11 Метрологические характеристики . . . . . 8
12 Обработка результатов измерений . . . . . 8
13 Оформление результатов измерений . . . . . 9
14 Контроль качества результатов измерений . . . . . 9
Приложение А (обязательное) Расчет содержания растворенного сероводорода, гидросульфид- и сульфид-ионов . . . . . 10
Приложение Б (обязательное) Установление точной массовой концентрации основного раствора сульфид-ионов, приготовленного из сульфида натрия 9-водного ($Na_2S \cdot 9H_2O$) . . . . . 13
Библиография . . . . . 15

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й  С Т А Н Д А Р Т

# ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

## Определение содержания сероводорода и сульфидов фотометрическим методом с применением N,N-диметил-п-фенилендиамина

Prepared (corrected) water for the manufacturing of alcoholic beverages. Determination of the content of hydrogen sulfide and sulfides by photometric method with N,N-dimethyl-p-phenylenediamine

**Дата введения — 2022—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на воду, подготовленную (исправленную) для изготовления алкогольной продукции и других напитков, а также на питьевую воду, и устанавливает фотометрический метод определения содержания сероводорода и сульфидов с N,N-диметил-п-фенилендиамином в диапазоне концентраций от 0,002 до 5 мг/дм$^3$ в расчете на сульфид-ион.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытания

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

**Издание официальное**

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861[1)] Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862 Вода питьевая. Отбор проб[2)]

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[3)]

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Отбор и хранение проб

3.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862 в стеклянные или пластиковые флаконы с завинчивающимися крышками. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 500 $см^3$.

3.2 При отборе пробы воды консервируют раствором уксуснокислого цинка молярной концентрации 1 моль/$дм^3$ из расчета 4 $см^3$ на 1000 $см^3$ пробы воды. Консервант вносят либо на месте отбора в отобранную пробу, либо добавляют предварительно во флакон для отбора пробы с последующим заполнением флакона водой доверху.

Примечание — При внесении консерванта в отобранную пробу пипетку с раствором ацетата цинка погружают до середины флакона и, поднимая пипетку, выливают ее содержимое. Флакон закрывают пробкой так, чтобы под пробкой не оставалось пузырьков воздуха. Содержимое флакона перемешивают переворачиванием.

3.3 Пробу воды, законсервированную раствором уксуснокислого цинка, хранят до начала анализа не более 6 ч с момента отбора без принудительного охлаждения. При необходимости более длительного хранения в законсервированную пробу добавляют реактивы (7.2.2, 7.2.3) для получения окрашенного соединения (раздел 10). В этом случае пробу хранят при комнатной температуре в темном месте не более трех суток или при температуре от 2 °С до 10 °С — не более пяти суток.

Если в дальнейшем требуется раздельное определение массовой концентрации форм сероводорода (сероводород, гидросульфид-ион, сульфид-ион), то на месте отбора пробы необходимо измерить pH и температуру воды.

## 4 Условия проведения измерений

4.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 15 °С до 28 °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 %.

---

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 59024—2020.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 56237—2014 (ИСО 5667-5:2006) «Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

4.3 Растворы следует хранить при комнатной температуре, если условия хранения не оговорены отдельно.

4.4 К проведению измерений допускаются лица, владеющие техникой работы на приборах и изучившие инструкции по эксплуатации используемого оборудования.

## 5 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии сероводорода и сульфидов в кислой среде с продуктами окисления N,N-диметил-п-фенилендиамина солью железа (III) с образованием метиленового синего и экстракции полученного красителя хлороформом в присутствии додецилсульфата натрия. Интенсивность окраски (оптическую плотность), пропорциональную массовой концентрации сульфидов, измеряют при длине волны 656 нм.

Сероводород и растворимые в воде сульфиды в водных растворах существуют в трех равновесных формах. Метод позволяет находить суммарное содержание сульфидов $S^{2-}$, гидросульфидов $HS^-$ и сероводорода $H_2S$, соотношение между которыми зависит от величины pH и температуры анализируемой воды. Наибольшее влияние на соотношение форм сероводорода оказывает pH. При pH менее 5 в воде присутствует преимущественно (до 98 %) сероводород, при pH 5—9 — сероводород и гидросульфид-ионы, при pH 9—12 преобладает гидросульфид-ион, а при pH более 12 — гидросульфид- и сульфид-ионы.

Массовую концентрацию каждой из форм сероводорода (гидросульфид-, сульфид-ионов и сероводорода) при необходимости рассчитывают отдельно, используя методику расчета в соответствии с приложением А.

## 6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

Спектрофотометр [фотометр, фотоэлектроколориметр, фотометрический анализатор (далее — прибор)], позволяющий измерять оптическую плотность раствора при длине волны 656 нм в оптических кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 1 и 5 см.

pH-метр любого типа со стеклянным электродом и электродом сравнения с пределом допускаемых значений погрешности измерений ±0,2 ед. pH.

Термометр стеклянный жидкостный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Примечание — Для измерения pH и температуры на месте отбора пробы (при необходимости выполнения расчета массовых концентраций форм сероводорода) допускается использование портативных (или карманных) pH-метров любых моделей с функцией измерения температуры, обеспечивающих измерения с точностью, установленной в разделе 7.

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Дозаторы лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объемом дозирования по ГОСТ 28311.

Встряхиватель (шюттель-аппарат) для делительных воронок вместимостью 500 и 1000 $см^3$ любой модели (при автоматизации процесса экстракции).

Плитка электрическая любого типа с закрытой спиралью и регулятором температуры по ГОСТ 14919.

N,N-диметил-п-фенилендиамин сернокислый (ДМФДА), ч. д. а.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумажные фильтры (синяя лента).

Бюретка вместимостью 25 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29251—91 (приложение 3).

Примечание — Допускается использовать цифровые титраторы.

Вата медицинская гигроскопическая нестерильная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Воронки делительные вместимостью 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные диаметром 36 мм по ГОСТ 25336.

Квасцы железоаммонийные [аммоний железо (III) сульфат 12-водный], ч. д. а.

Йод, стандарт-титр $C(1/2\ I_2)$ = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 Н) (приложение Б).

Калий двухромовокислый (калия бихромат), стандарт-титр $C(1/6\ K_2Cr_2O_7)$ = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 Н) (приложение Б).

Калий йодистый (калия йодид) по ГОСТ 4232, ч. д. а. (приложение Б).

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Колбы конические вместимостью 250, 2000 см$^3$ по ГОСТ 25336, с притертыми пробками.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а. (приложение Б).

Натриевая соль додецилсерной кислоты (натрия додецилсульфат), ч. д. а.

Натрий сернистый 9-водный (натрия сульфид) по ГОСТ 2053, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый 5-водный (натрия тиосульфат), стандарт-титр $C(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = = 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 Н) (приложение Б).

Натрий сернокислый безводный (натрия сульфат) по ГОСТ 4166, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч. д. а.

Палочки стеклянные.

Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-1-2-25 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные с одной отметкой 1-2-1, 1-2-2, 1-2-5, 1-2-10, 1-1-20 1-2-25, 1-2-50 или других типов и исполнений по ГОСТ 29169.

Секундомер или таймер любого типа.

Стаканы термостойкие вместимостью 50, 1000 и 2000 см$^3$ по ГОСТ 25336.

Стандартный образец (СО) состава водного раствора сульфид-ионов с относительной погрешностью аттестованного значения не более 3 %.

Межгосударственный стандартный образец (МСО) или государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора сульфидов массовой концентрации 1 г/дм$^3$ с допускаемой относительной погрешностью аттестованного значения не более ±3 %.

Трихлорметан (хлороформ), ч. д. а.

Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм.

Флаконы из темного стекла (для хранения растворов).

Флаконы стеклянные или пластиковые вместимостью 500 см$^3$ с завинчивающимися крышками (для отбора проб).

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение растворов при температуре от 2 °С до 10 °С.

Цилиндры мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 или другого исполнения по ГОСТ 1770.

Цинк уксуснокислый 2-водный (цинка ацетат) по ГОСТ 5823, х. ч.

Шпатель.

Штатив для делительных воронок.

Допускается применять средства измерений любых производителей, обеспечивающих измерения с установленной точностью, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, не ниже указанных, и использовать реактивы более высокой квалификации и материалы с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных или импортные аналоги.

## 7 Подготовка к проведению измерений

### 7.1 Подготовка оборудования

Подготовку к работе спектрофотометра, pH-метра и вспомогательных устройств проводят в соответствии с руководствами и инструкциями по эксплуатации.

### 7.2 Приготовление растворов

#### 7.2.1 Раствор уксуснокислого цинка молярной концентрации 1 моль/дм$^3$

В мерной колбе вместимостью 1000 см$^3$ растворяют (220 ± 1) г уксуснокислого цинка 2-водного. При появлении опалесценции добавляют несколько капель уксусной кислоты до получения прозрачного раствора. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора не более 3 мес.

**7.2.2 Раствор ДМФДА массовой концентрации 5 г/дм$^3$**

(5,0 ± 0,1) г ДМФДА помещают в термостойкий стакан вместимостью 2000 см$^3$ с мерной шкалой и растворяют в 250 см$^3$ дистиллированной воды. При перемешивании осторожно прибавляют 700—720 см$^3$ концентрированной серной кислоты. Полученный раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$. При необходимости объем раствора доводят концентрированной серной кислотой до 1000 см$^3$.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 6 мес.

**7.2.3 Раствор железоаммонийных квасцов (приблизительно 50 г/дм$^3$)**

В стеклянном термостойком стакане вместимостью 1000 см$^3$ растворяют (50,0 ± 0,1) г железоаммонийных квасцов в 500 см$^3$ дистиллированной воды, добавляют 10 см$^3$ концентрированной серной кислоты и 500 см$^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 3 мес.

Примечание — В случае плохой растворимости железоаммонийных квасцов рекомендуется полученный раствор подогреть до полного растворения соли.

**7.2.4 Раствор додецилсульфата натрия**

В стеклянном стакане вместимостью 1000 см$^3$ растворяют (0,50 ± 0,01) г додецилсульфата натрия в 500 см$^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора 3 мес.

**7.2.5 Раствор хлористого натрия**

В стеклянном стакане вместимостью 1000 см$^3$ растворяют при перемешивании (10,0 ± 0,1) г хлорида натрия в 1000 см$^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора не более 3 мес.

**7.2.6 Подготовка дистиллированной воды для приготовления растворов сульфида натрия**

Дистиллированную воду нагревают в конической колбе из термостойкого стекла на электрической плитке до кипения и кипятят в течение 15—20 мин. Затем воду быстро охлаждают под струей холодной воды (осторожно!) до комнатной температуры. Для приготовления всех растворов сульфида натрия должна быть использована только свежепрокипяченная вода.

**7.2.7 Основной раствор сульфид-ионов массовой концентрации 100 мг/дм$^3$**

Основной раствор сульфид-ионов массовой концентрации 100 мг/дм$^3$ готовят из СО в соответствии с инструкцией по его применению.

В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ помещают 5 см$^3$ СО сульфидов массовой концентрации 1 г/дм$^3$ и доводят объем раствора до метки подготовленной дистиллированной водой (7.2.6).

Раствор устойчив 3 ч, поэтому его следует готовить непосредственно перед использованием.

**7.2.8 Рабочий раствор сульфид-ионов массовой концентрации 1 мг/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 1 см$^3$ основного раствора сульфид-ионов (7.2.7) и доводят объем раствора до метки подготовленной дистиллированной водой (7.2.6).

Раствор устойчив не более 1 ч, поэтому его следует готовить непосредственно перед использованием.

Примечание — Допускается приготовление растворов сульфид-ионов из соли ($Na_2S·9H_2O$). В этом случае перед приготовлением градуировочных растворов необходимо установить точную массовую концентрацию основного раствора сульфида натрия (в расчете на сульфид-ион) в соответствии с приложением Б.

Допускается готовить растворы других номинальных объемов при условии соблюдения соотношений между объемами растворов и аликвот или массами навесок реагентов, регламентированных в настоящем стандарте.

**7.2.9 Приготовление градуировочных растворов**

Градуировочные растворы готовят из рабочего раствора сульфид-ионов с массовой концентрацией 1 мг/дм$^3$ (7.2.8) в соответствии с таблицей 1.

В зависимости от типа анализируемых проб готовят градуировочную шкалу (или несколько градуировочных шкал), которая позволит проводить анализ во всем диапазоне ожидаемых содержаний сульфидов в пробах.

В мерные колбы вместимостью 500 см$^3$ вносят по 2 см$^3$ раствора ацетата цинка (7.2.1) и подготовленную дистиллированную воду (7.2.6), заполняя колбу водой приблизительно на 4/5 номинального объема. Затем последовательно готовят каждый градуировочный раствор.

Пипеткой прибавляют рабочий раствор сульфид-ионов в соответствии с таблицей 1, опуская пипетку до уровня воды в колбе. Раствор перемешивают переворачиванием колбы.

Растворы не встряхивать во избежание окисления сульфида кислородом воздуха.

Сразу после этого прибавляют 6 см$^3$ раствора ДМФДА (7.2.2) и 10 см$^3$ раствора железоаммонийных квасцов (7.2.3). Колбу закрывают пробкой, перемешивают, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой (7.2.6), вновь перемешивают, помещают в темное место и приступают к приготовлению следующего раствора. После добавления реактивов растворы выдерживают в темном месте не менее 30 мин.

Таблица 1 — Приготовление градуировочных растворов

| Раствор | Градуировочные растворы (шкала I) (кювета 5 см) | | | | Градуировочные растворы (шкала II) (кювета 1 см) | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Объем колбы, см$^3$ | Объем раствора ацетата цинка, см$^3$ | Объем рабочего раствора, см$^3$ | Концентрация градуировочного раствора, мг/дм$^3$ | Объем колбы, см$^3$ | Объем раствора ацетата цинка, см$^3$ | Объем рабочего раствора, см$^3$ | Концентрация градуировочного раствора, мг/дм$^3$ |
| 1 | 500 | 2 | 1 | 0,002 | 500 | 2 | 5 | 0,01 |
| 2 | | | 2 | 0,004 | | | 10 | 0,02 |
| 3 | | | 3 | 0,006 | | | 15 | 0,03 |
| 4 | | | 4 | 0,008 | | | 20 | 0,04 |
| 5 | | | 5 | 0,010 | | | 25 | 0,05 |

Примечание — В случае приготовления растворов из сухой соли (приложение Б), точные значения массовых концентраций сульфидов $X_{гр}$, мг/дм$^3$, в полученных растворах вычисляют с учетом точной массовой концентрации сульфида в рабочем растворе и соответствующего разбавления по формуле

$$X_{гр} = \frac{X_{раб} \cdot V_{раб}}{V_к}, \quad (1)$$

где $X_{раб}$ — точная массовая концентрация сульфид-иона в рабочем растворе сульфида натрия, мг/дм$^3$;

$V_{раб}$ — объем рабочего раствора сульфида натрия, взятый для разбавления, см$^3$;

$V_к$ — объем колбы для приготовления градуировочного раствора сульфида натрия, см$^3$.

## 8 Установление градуировочных характеристик

8.1 Устанавливают градуировочные характеристики, выражающие зависимость оптической плотности от массовой концентрации сульфид-ионов (мг/дм$^3$), отдельно для градуировочных растворов шкалы I и шкалы II.

8.2 Окрашенный градуировочный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см$^3$. Прибавляют 3,0 см$^3$ раствора додецилсульфата натрия. Воронку закрывают пробкой, встряхивают содержимое вручную пять — десять раз и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 10 см$^3$ хлороформа и смесь интенсивно встряхивают вручную или с помощью встряхивателя в течение 2 мин и оставляют в покое для расслоения фаз. После расслоения фаз нижний хлороформный слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см$^3$ через воронку с ватой, смоченной хлороформом.

Экстракцию из оставшейся водной фазы проводят еще дважды, добавляя 10 и 5 см$^3$ хлороформа, собирая порции экстракта в одну и ту же мерную колбу. Объединенные в мерной колбе три порции экстракта при необходимости доводят до метки хлороформом, содержимое колбы перемешивают и дважды измеряют оптическую плотность полученного экстракта относительно хлороформа на спектрофотометре (фотоколориметре) при длине волны 656 нм. Для градуировочных растворов шкалы I используют кюветы с толщиной оптического слоя 5 см, а для градуировочных растворов шкалы II — 1 см.

Экстракцию градуировочных растворов проводят последовательно. Только после измерения оптической плотности предыдущего раствора приступают к проведению экстракции следующего.

8.3 Градуировочные характеристики устанавливают заново при получении отрицательных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики, при смене партии любого из реактивов, после ремонта или юстировки спектрофотометра.

## 9 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$100 \cdot \frac{|X_{гр} - C|}{C} \le K_{гр}, \quad (2)$$

где $X_{гр}$ — массовая концентрация сульфидов в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мг/дм$^3$;

$C$ — массовая концентрация сульфидов в градуировочном растворе, полученная по процедуре приготовления, мг/дм$^3$;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, равный 18 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется, необходимо провести повторный анализ этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубый промах.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее двух других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результатов от заданного значения более чем на 18 % градуировочную характеристику устанавливают заново.

## 10 Проведение измерений

Во флакон вместимостью 500 см$^3$ с законсервированной пробой воды добавляют 6 см$^3$ раствора ДМФДА (7.2.2) и 10 см$^3$ раствора железоаммонийных квасцов (7.2.3), опуская пипетки до середины флакона и поднимая вверх по мере вытекания раствора. Вытесненный объем воды отбрасывают. Флакон быстро закрывают, содержимое перемешивают, переворачивая, но не встряхивая флакон, и выдерживают в темном месте не менее 30 мин. После добавления указанных реактивов допускается более длительная выдержка или хранение пробы в соответствии с 3.3.

Примечание — Реакцию с ДМФДА необходимо проводить не позднее, чем через 6 ч после отбора пробы.

Если окраска пробы после добавления реактивов и выдержки визуально не заметна, то 500 мл пробы переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см$^3$, прибавляют 3,0 см$^3$ раствора додецилсульфата натрия и проводят экстракцию хлороформом в соответствии с 8.2.

Если проба окрашена в синий цвет, то в зависимости от интенсивности окраски, отбирают цилиндром 250 см$^3$ пробы или меньший ее объем, который доводят до 250 см$^3$ дистиллированной водой, переносят в делительную воронку вместимостью 500 см$^3$, добавляют 1,5 см$^3$ раствора додецилсульфата натрия. Далее проводят экстракцию хлороформом в соответствии с 8.2.

Измеряют оптическую плотность полученного экстракта относительно хлороформа на спектрофотометре при длине волны 656 нм. При экстракции из 500 см$^3$ пробы измерения проводят в кюветах с толщиной оптического слоя 5 или 1 см в зависимости от интенсивности окраски хлороформного экстракта. При экстракции из 250 см$^3$ пробы — в кювете 1 см. Концентрацию сульфидов в анализируемом образце находят по соответствующей градуировочной характеристике. Если пробу предварительно разбавляли, то в расчетах учитывают разбавление.

Примечание — Если при экстракции образуется стойкая эмульсия, то для лучшего разделения водной и органической фаз поступают одним из двух способов:

- для разбавления аликвоты пробы вместо дистиллированной воды в качестве высаливателя используют раствор хлористого натрия (7.2.5);

- устойчивую эмульсию хлороформного слоя с водой сливают в стаканчик вместимостью 50 см$^3$, прибавляют небольшими порциями безводный сульфат натрия и, перемешивая палочкой, добиваются осветления хлороформа. Высушенный таким образом хлороформный экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 25 см$^3$ через воронку с ватой, смоченной хлороформом. При необходимости доводят объем раствора до метки хлороформом.

## 11 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблицах 2 и 3 при доверительной вероятности $P$ = 0,95.

Таблица 2 — Метрологические характеристики результатов измерений

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$,% | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_r$,% | Показатель точности (границы* относительной погрешности) ± $\delta$, % |
|---|---|---|---|
| От 0,002 до 0,01 включ. | 7 | 18 | 36 |
| Св. 0,01 до 1,0 включ. | 6 | 13 | 25 |
| Св. 1,0 до 5,0 включ. | 5 | 10 | 19 |
| * Установленные значения границ относительной погрешности численно соответствуют значениям расширенной неопределенности в относительных единицах $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k$ = 2. | | | |

Таблица 3 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости) $r$, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости) $R$, % |
|---|---|---|
| От 0,002 до 0,01 включ. | 20 | 50 |
| Св. 0,01 до 1,0 включ. | 17 | 36 |
| Св. 1,0 до 5,0 включ. | 14 | 28 |

## 12 Обработка результатов измерений

12.1 При наличии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки данных порядок обработки результатов определяется руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

12.2 Суммарную массовую концентрацию сероводорода, гидросульфид- и сульфид-ионов в анализируемой пробе (в расчете на сульфид-ион) $X_{S^{2-}}$, мг/дм$^3$, находят по соответствующей градуировочной характеристике.

Если пробу предварительно разбавляли, то массовую концентрацию вычисляют по формуле

$$X_{S^{2-}} = \frac{X_{гр} \cdot V_к}{V_{пр}}, \quad (3)$$

где $X_{гр}$ — суммарная массовая концентрация сульфидов, найденная по градуировочной характеристике, мг/дм$^3$;

$V_к$ — объем мерной колбы, использованной для разбавления пробы, см$^3$;

$V_{пр}$ — аликвота пробы, взятая для анализа, см$^3$.

За результат анализа принимают единичный результат измерения.

## 13 Оформление результатов измерений

Результат измерений массовой концентрации сульфидов $C$, мг/дм$^3$, представляют в виде

$$C \pm \Delta \text{ либо } C \pm U, \quad (4)$$

где $\Delta$ — абсолютная погрешность измерений массовой концентрации сульфидов (при $P$ = 0,95), мг/дм$^3$, вычисляемая по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot C, \quad (5)$$

где $\delta$ — относительная погрешность измерений массовой концентрации сульфидов, % (см. таблицу 2);

$U$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k$ = 2, мг/дм$^3$, вычисляемая по формуле

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн} \cdot C, \quad (6)$$

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность, %, при коэффициенте охвата $k$ = 2 (см. таблицу 2).

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение характеристики погрешности, выраженное в мг/дм$^3$ и округленное до двух значащих цифр.

Примечание — При выполнении параллельных измерений проводят проверку приемлемости результатов измерений. Результаты измерений $C_1$ и $C_2$, полученные в условиях повторяемости, признают приемлемыми, если выполняется условие:

$$\frac{200 \cdot |C_1 - C_2|}{(C_1 - C_2)} \le r, \quad (7)$$

где $C_1$ и $C_2$ — результаты параллельных измерений массой концентрации сульфидов ($S^{2-}$), мг/дм$^3$;

$r$ — предел повторяемости, %.

Если условие (7) выполняется, то по значениям $C_1$ и $C_2$ рассчитывают среднее арифметическое значение, которое представляют в качестве результата измерений.

При невыполнении условия (7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$\frac{200 \cdot |C_1 - C_2|}{(C_1 - C_2)} \le R, \quad (8)$$

где $C_1$ и $C_2$ — результаты измерений массой концентрации сульфидов ($S^{2-}$), полученные в двух лабораториях, мг/дм$^3$;

$R$ — предел воспроизводимости, %.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

Если условие (8) не выполняется, используют методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

## 14 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 6) и [1].

Периодичность и способ контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

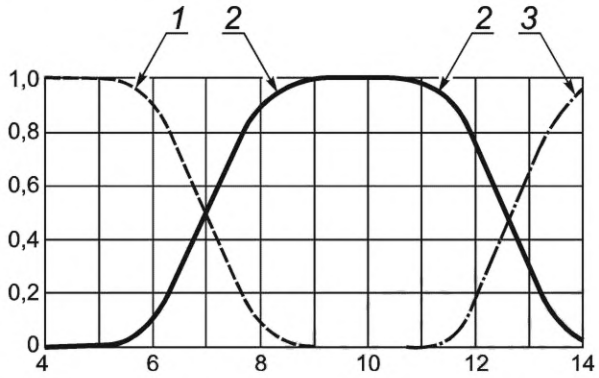
## Приложение А
## (обязательное)

## Расчет содержания растворенного сероводорода, гидросульфид- и сульфид-ионов[1)]

При необходимости определения содержания растворенного сероводорода, гидросульфид- и сульфид-ионов раздельно используют приведенные ниже способы расчета исходя из их суммарного содержания в пробе при pH в диапазоне от 5,4 до 10 ед. pH и в интервале температур от 5 °С до 40 °С, а также в диапазоне pH от 10 до 13 ед. pH без учета температуры пробы.

### А.1 Графический способ расчета (ориентировочный)

Для графического описания соотношения форм сероводорода используют распределительную диаграмму, приведенную на рисунке А.1, которая описывает состояние равновесной системы $H_2S$ — $HS^-$ — $S^{2-}$. Применение данного метода допустимо только для приближенной оценки соотношения форм сероводорода (в мольных долях), т. к. не учитывается влияние температуры.




*1* — сероводород; *2* — гидросульфид-ион; *3* — сульфид-ион

Рисунок А.1 — Диаграмма распределения форм сероводорода (в мольных долях) в зависимости от значения pH

### А.2 Расчетный способ

Для расчета ориентировочного количественного содержания форм сероводорода используют таблицу А.1, в которой приведены значения относительного содержания форм сероводорода (%), рассчитанные по константам диссоциации сероводорода, с учетом влияния двух параметров: pH и температуры пробы воды.

Если pH и температура пробы, измеренные на месте отбора, совпадают с данными, приведенными в таблице А.1, то используют табличные данные по относительному содержанию сероводорода, рассчитывают относительное содержание гидросульфидов по формуле (А.4), а расчет массовых концентраций определяемых форм проводят по формулам (А.5) и (А.6).

Если измеренные параметры отличаются от приведенных в таблице А.1, то относительное содержание сероводорода рассчитывают методом линейной интерполяции.

Зная значение pH и температуру воды при отборе пробы, а также используя данные таблицы А.1, выбирают интервалы pH и температуры, в которых находятся измеренные значения. Вычисляют коэффициенты p и *q*:

$$p = \frac{\left(\text{pH} - \text{pH}_o\right)}{\Delta\text{H}}, \qquad (А.1)$$

где pH — измеренное значение pH;

$\text{pH}_o$ — меньшее ближайшее значение pH по таблице А.1 в выбранном интервале;

ΔH — разность значений pH в выбранном интервале;

$$q = \frac{\left(T - T_o\right)}{\Delta T}, \qquad (А.2)$$

где $T$ — измеренное значение температуры;

$T_o$ — меньшее ближайшее значение температуры по таблице А.1 в выбранном интервале;

$\Delta T$ — разность значений температуры (шаг в выбранном интервале 5 °С).

---

[1)] В Российской Федерации применяют ПНД Ф 14.1:2:4.178-02 «Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфидов, гидросульфидов и сероводорода в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом».

Таблица А.1 — Относительное содержание сероводорода

| pH | Относительное содержание сероводорода $A_{H_2S}$, %, при температуре, °С[1)] | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 5 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 |
| 5,4 | 98,5 | 98,1 | 97,8 | 97,4 | 97,0 | 96,6 | 96,1 |
| 5,6 | 97,4 | 96,7 | 96,2 | 95,6 | 94,9 | 94,2 | 93,4 |
| 5,8 | 96,4 | 95,3 | 94,7 | 93,8 | 92,8 | 91,8 | 90,7 |
| 5,9 | 95,2 | 93,7 | 92,9 | 91,8 | 90,5 | 89,4 | 87,9 |
| 6,0 | 94,0 | 92,2 | 91,2 | 89,8 | 88,2 | 86,8 | 85,2 |
| 6,1 | 92,8 | 90,6 | 89,4 | 87,8 | 86,0 | 84,2 | 82,4 |
| 6,2 | 91,5 | 89,0 | 87,6 | 85,8 | 83,7 | 81,7 | 79,6 |
| 6,3 | 88,9 | 85,8 | 84,2 | 82,0 | 79,6 | 77,3 | 74,9 |
| 6,4 | 86,2 | 82,7 | 80,7 | 78,2 | 75,4 | 72,8 | 70,2 |
| 6,5 | 83,6 | 79,6 | 77,2 | 74,4 | 71,2 | 68,4 | 65,5 |
| 6,6 | 81,0 | 76,4 | 73,8 | 70,6 | 67,1 | 64,0 | 60,8 |
| 6,7 | 77,0 | 71,8 | 68,9 | 65,4 | 61,7 | 58,4 | 55,1 |
| 6,8 | 72,9 | 67,1 | 64,0 | 60,2 | 56,3 | 52,9 | 49,4 |
| 6,9 | 67,9 | 61,7 | 58,4 | 54,5 | 50,6 | 47,2 | 43,8 |
| 7,0 | 62,9 | 56,3 | 52,9 | 48,8 | 44,8 | 41,5 | 38,1 |
| 7,1 | 57,3 | 50,6 | 47,2 | 43,2 | 39,4 | 36,2 | 33,0 |
| 7,2 | 51,7 | 44,8 | 41,5 | 37,6 | 33,9 | 30,9 | 28,0 |
| 7,3 | 46,2 | 39,7 | 36,6 | 33,0 | 29,7 | 27,0 | 24,4 |
| 7,4 | 40,8 | 34,6 | 31,8 | 28,4 | 25,4 | 23,0 | 20,7 |
| 7,5 | 35,4 | 29,5 | 26,9 | 23,9 | 21,2 | 19,0 | 17,0 |
| 7,6 | 29,9 | 24,4 | 22,0 | 19,3 | 17,0 | 15,1 | 13,4 |
| 7,7 | 26,0 | 21,2 | 19,0 | 16,6 | 14,6 | 13,0 | 11,5 |
| 7,8 | 22,2 | 17,9 | 16,0 | 14,0 | 12,2 | 10,8 | 9,6 |
| 7,9 | 18,4 | 14,6 | 13,1 | 11,4 | 9,9 | 8,7 | 7,7 |
| 8,0 | 14,5 | 11,4 | 10,1 | 8,7 | 7,5 | 6,6 | 5,8 |
| 8,1 | 12,4 | 8,8 | 8,6 | 7,4 | 6,4 | 5,6 | 5,0 |
| 8,2 | 10,4 | 7,2 | 7,2 | 6,2 | 5,3 | 4,6 | 4,1 |
| 8,3 | 8,4 | 6,5 | 5,8 | 5,0 | 4,2 | 3,7 | 3,2 |
| 8,4 | 6,3 | 4,9 | 4,3 | 3,7 | 3,1 | 2,7 | 2,4 |
| 8,5 | 5,4 | 4,2 | 3,6 | 3,2 | 2,6 | 2,3 | 2,0 |
| 8,6 | 4,4 | 3,4 | 3,0 | 2,6 | 2,2 | 1,9 | 1,7 |
| 8,7 | 3,5 | 2,7 | 2,4 | 2,0 | 1,8 | 1,5 | 1,4 |
| 8,8 | 2,6 | 2,0 | 1,7 | 1,5 | 1,3 | 1,1 | 1,0 |
| 9,0 | 1,8 | 1,4 | 1,2 | 1,0 | 0,9 | 0,8 | 0,7 |
| 9,2 | 1,1 | 0,8 | 0,7 | 0,6 | 0,5 | 0,4 | 0,4 |
| 9,6 | 0,6 | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 0,3 | 0,2 | 0,2 |
| 10,0 | 0,2 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |

Примечание — В настоящей таблице приведены данные для минерализации воды 1 г/дм$^3$. Поскольку влияние минерализации на результаты расчета соотношения форм сероводорода незначительно по сравнению с влиянием pH, данные таблицы могут быть использованы и при расчете относительного содержания сероводорода для проб воды с меньшей минерализацией.

[1)] В Российской Федерации применяют ПНД Ф 14.1:2:4.178-02 «Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфидов, гидросульфидов и сероводорода в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом».

Относительное содержание сероводорода $A_{H_2S}$, %, вычисляют по формуле

$$A_{H_2S} = (1-p)\cdot(1-q)\cdot f_{00} + p\cdot(1-q)\cdot f_{10} + q\cdot(1-p)\cdot f_{01} + p\cdot q\cdot f_{11}, \quad (A.3)$$

где $f_{00}$ — относительное содержание сероводорода при pH, соответствующем нижней границе выбранного интервала, и нижней границе интервала температур (таблица А.1), %;

$f_{10}$ — относительное содержание сероводорода при pH, соответствующем верхней границе выбранного интервала, и нижней границе интервала температур (таблица А.1), %;

$f_{01}$ — относительное содержание сероводорода при pH, соответствующем нижней границе выбранного интервала, и верхней границе интервала температур (таблица А.1), %;

$f_{11}$ — относительное содержание сероводорода при pH, соответствующем верхней границе выбранного интервала, и верхней границе интервала температур (таблица А.1), %.

В связи с тем, что содержанием сульфидов при pH < 10 можно пренебречь, относительное содержание гидросульфидов $A_{HS}$, %, вычисляют по формуле

$$A_{HS} = 100 - A_{H_2S}. \quad (A.4)$$

Используя значения относительного содержания сероводорода и гидросульфид-ионов в пробе и их суммарное содержание в мг/дм$^3$, найденное экспериментально, вычисляют массовую концентрацию сероводорода $C_{H_2S}$, мг/дм$^3$, и гидросульфид-ионов $C_{HS^-}$, мг/дм$^3$, по формулам

$$C_{H_2S} = \frac{X\cdot A_{H_2S}}{100}, \quad (A.5)$$

$$C_{HS} = \frac{X\cdot A_{HS}}{100}, \quad (A.6)$$

где $X$ — суммарное содержание сероводорода, гидросульфид- и сульфид-ионов, найденное по методике, мг/дм$^3$;

$A_{H_2S}$ — относительное содержание сероводорода, %;

$A_{HS^-}$ — относительное содержание гидросульфид-иона, %.

***Пример расчета — По результатам измерений суммарное содержание сероводорода, гидросульфид- и сульфид-ионов составляет 1,2 мг/дм$^3$, значение pH при отборе пробы равно 7,55, температура 18 °С.***

***1 Рассчитывают коэффициенты p и q:***

$$p = \frac{(7,55-7,50)}{0,1} = 0,5.$$

$$q = \frac{(18-15)}{5} = 0,6.$$

***2 По таблице А.1 находят:***

***$f_{00}$ = 29,5 (для pH 7,50 и 15 °С);***

***$f_{10}$ = 24,4 (для pH 7,60 и 15 °С);***

***$f_{01}$ =26,9 (для pH 7,50 и 20 °С);***

***$f_{11}$ = 22,0 (для pH 7,60 и 20 °С).***

***3 По формуле (А.3) рассчитывают относительное содержание сероводорода в пробе. Оно составит для данной пробы 25,45 %.***

***По формуле (А.4) рассчитывают относительное содержание гидросульфид-иона в пробе — 74,55 % соответственно.***

***4 По формулам (А.5) и (А.6) переводят относительное содержание в абсолютное:***

***массовая концентрация сероводорода в пробе — $\frac{1,2\cdot 25,45}{100} = 0,31$ мг/дм$^3$;***

***массовая концентрация гидросульфид-ионов — $\frac{1,2\cdot 74,55}{100} = 0,89$ мг/дм$^3$;***

***массовая концентрация сульфид-ионов — 0 мг/дм$^3$.***

**Приложение Б**
**(обязательное)**

## Установление точной массовой концентрации основного раствора сульфид-ионов, приготовленного из сульфида натрия 9-водного ($Na_2S \cdot 9H_2O$)[1)]

### Б.1 Приготовление растворов

**Б.1.1 Основной раствор сульфид-ионов массовой концентрации 100 мг/дм$^3$**

(0,187 ± 0,005) г прозрачных кристаллов сульфида натрия, предварительно промытых дистиллированной водой и высушенных фильтровальной бумагой, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, растворяют в дистиллированной воде (7.2.6), и доводят объем раствора до метки. Точную массовую концентрацию основного раствора сульфид-ионов ($X$) устанавливают в день приготовления титрованием по Б.3.

**Б.1.2 Рабочий раствор сульфид-ионов массовой концентрации 1 мг/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 1 см$^3$ основного раствора сульфид-ионов (Б.1.1) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой (7.2.6). Точную массовую концентрацию рабочего раствора сульфид-ионов ($X_{раб}$) рассчитывают, исходя из точной массовой концентрации основного раствора с учетом разбавления.

**Б.1.3 Раствор серной кислоты (в соотношении 1:9)**

В термостойком стакане вместимостью 1000 см$^3$ при перемешивании к 450 см$^3$ дистиллированной воды осторожно прибавляют 50 см$^3$ серной кислоты.

Срок хранения раствора не более 6 мес.

**Б.1.4 Раствор крахмала**

В стакане вместимостью 50 см$^3$ смешивают (0,50 ± 0,01) г крахмала с 10 см$^3$ дистиллированной воды. Полученную кашицу вливают тонкой струйкой при перемешивании в 90 см$^3$ кипящей дистиллированной воды. Раствор кипятят в течение 3—5 мин и охлаждают.

Срок хранения раствора не более 5 сут при температуре от 2 °С до 10 °С.

**Б.1.5 Раствор йода молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента**

При приготовлении растворов из стандарт-титров следует руководствоваться инструкцией производителя.

Содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор йода хранят во флаконе из темного стекла.

Срок хранения раствора не более 6 мес.

**Б.1.6 Раствор йода молярной концентрации 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента**

В мерную колбу вместимостью 500 см$^3$ вносят пипеткой 50 см$^3$ раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 3 мес.

**Б.1.7 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента**

При приготовлении растворов из стандарт-титров следует руководствоваться инструкцией производителя.

Содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой (7.2.6) до метки, перемешивают. Раствор перед использованием выдерживают не менее суток в темном месте.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 6 мес.

**Б.1.8 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента**

В мерную колбу вместимостью 500 см$^3$ вносят пипеткой 50 см$^3$ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента и доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 3 мес.

**Б.1.9 Раствор бихромата калия (двухромовокислого калия) молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента**

При приготовлении растворов из стандарт-титров следует руководствоваться инструкцией производителя.

Содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 6 мес.

---

[1)] В Российской Федерации применяют ПНД Ф 14.1:2:4.178-02 «Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфидов, гидросульфидов и сероводорода в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом».

**Б.1.10 Раствор бихромата калия молярной концентрации 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента**

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ вносят пипеткой 10 см$^3$ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора во флаконе из темного стекла не более 3 мес.

**Б.2 Установление коэффициента поправки к титру раствора тиосульфата натрия (0,01 моль/дм$^3$ эквивалента) по раствору бихромата калия (0,01 моль/дм$^3$ эквивалента)**

Б.2.1 В коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ с притертой пробкой помещают шпателем 0,5—0,7 г йодида калия и растворяют его в 2—3 см$^3$ дистиллированной воды. Добавляют 10 см$^3$ раствора серной кислоты (Б.1.3), 10 см$^3$ раствора бихромата калия молярной концентрации 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента, 80 см$^3$ дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 мин. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до получения соломенно-желтого окрашивания, прибавляют 1 см$^3$ раствора крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора.

Титрование проводят дважды и регистрируют объемы раствора тиосульфата натрия, израсходованные на титрование. Расхождение между двумя результатами не должно превышать 0,05 см$^3$, в противном случае титрование повторяют до получения допустимого расхождения.

Б.2.2 Коэффициент поправки $K_т$ рассчитывают с точностью до четвертого десятичного знака по каждому объему раствора тиосульфата натрия по формуле

$$K_т = \frac{V_б}{V_т}, \qquad (Б.1)$$

где $V_б$ — объем раствора бихромата калия 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента, см$^3$ (10 см$^3$);

$V_т$ — объем раствора тиосульфата натрия 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента, пошедшего на титрование, см$^3$.

Из вычисленных значений коэффициента поправки рассчитывают среднее арифметическое. Если коэффициент поправки отличается от 1,00 более чем на ±0,03, то раствор соответственно укрепляют добавлением раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ эквивалента или разбавляют дистиллированной водой. Процедуру установки поправочного коэффициента повторяют.

Установление коэффициента поправки проводят в день использования раствора.

**Б.3 Определение точной массовой концентрации сульфид-ионов в основном растворе сульфида натрия (в расчете на сульфид-ион)**

В коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ наливают приблизительно 100 см$^3$ дистиллированной воды, помещают 25 см$^3$ раствора йода (Б.1.6), 10 см$^3$ раствора серной кислоты (Б.1.3) и прибавляют 10 см$^3$ основного раствора сульфида натрия (Б.1.1). Колбу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают 5 мин в темном месте. Непрореагировавший йод титруют раствором тиосульфата натрия (Б.1.8) до соломенно-желтой окраски. Затем прибавляют 2 см$^3$ крахмала (Б.1.4) и продолжают титровать по каплям до обесцвечивания раствора. Одновременно проводят холостое определение. Для этого проводят аналогичное титрование 100 см$^3$ дистиллированной воды с реактивами, как указано выше, но без добавления раствора сульфида натрия.

Точную массовую концентрацию основного раствора сульфида натрия (в расчете на сульфид-ион) $X$, мг/дм$^3$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K_т \cdot C \cdot 16 \cdot 1000}{V_с}, \qquad (Б.2)$$

где $V_1$ — объем раствора тиосульфата натрия 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента, израсходованного на холостое титрование, см$^3$;

$V_2$ — объем раствора тиосульфата натрия 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента, израсходованного на титрование основного раствора сульфида натрия, см$^3$;

$K_т$ — коэффициент поправки к титру раствора тиосульфата натрия 0,01 моль/дм$^3$ эквивалента;

$C$ — молярная концентрация раствора тиосульфата натрия (0,01 моль/дм$^3$ эквивалента);

$V_с$ — объем основного раствора сульфида натрия, взятый для титрования, см$^3$;

16 — эквивалент сульфид-иона, г/моль.

## Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 663.6:543.354:006.354 МКС 67.160.01

Ключевые слова: вода подготовленная питьевая, сероводород, сульфиды, фотометрический метод

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Г.Д. Мухиной*

Сдано в набор 09.11.2021. Подписано в печать 01.12.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru