2.9. Контроль неорганических компонентов

ГОСТ Р 51210—98

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания бора

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»

ВНЕСЕН Управлением агролегпрома и химической продукции Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 27 октября 1998 г. № 383

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания бора

Drinking water. Method for determination of boron content

Дата введения 1999—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и воду источников хозяйственно-питьевого водоснабжения и устанавливает метод определения содержания бора (ионов бората) флуориметрией в диапазоне измеряемых концентраций от 0,05 до 5,0 мг/дм^3.

Метод основан на взаимодействии ионов бората с хромотроповой кислотой в присутствии трилона Б (маскирующего ионы металлов) с образованием флуоресцирующего комплекса и последующим измерением интенсивности его флуоресценции. Присутствие в воде до 1 г/дм^3 аммония, щелочных, щелочноземельных элементов, магния, алюминия, до 100 мг/дм^3 фосфата, до 10 мг/дм^3 фторида, цинка, свинца, меди, железа не оказывает влияния на результат определения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

Издание официальное

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Анализатор жидкости флуоресцентный, позволяющий регистрировать флуоресценцию в области спектра 350—375 нм при возбуждении в области 310—325 нм.

Государственный стандартный образец состава раствора бора, 1 мг/см^3 (ГСО состава раствора бора) или государственный стандартный образец состава раствора ионов бората, 1 мг/см^3 (ГСО состава раствора ионов бората).

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

Гири по ГОСТ 7328.

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 200 и 500 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10 и 20 см^3 исполнения 2 по ГОСТ 29169.

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3 по ГОСТ 29227.

Стаканы химические вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные типа В-36 или В-75 по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные вместимостью 500 см^3 типа П-1 по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента».

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Трилон Б (этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная) по ГОСТ 10652, ч. д. а.

Динатриевая соль хромотроповой кислоты, 2-водная.

Примечание — Подготовку посуды проводят в соответствии с приложением А.

4 Отбор проб

Пробы питьевой воды отбирают по ГОСТ Р 51593.

Пробу воды объемом не менее 100 см^3 отбирают в емкость из полиэтилена.

Определение бора в пробах воды проводят в течение 3 сут с момента отбора.

5 Порядок подготовки к проведению определения

5.1 Приготовление раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты молярной концентрации 0,0025 моль/дм^3

Для приготовления раствора помещают 54,6 мг динатриевой соли хромотроповой кислоты в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и затем разбавляют водой до метки.

Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении в емкости

из стекла, не содержащего бора, или полиэтилена в темноте в нормальных климатических условиях.

5.2 Приготовление смешанного реагента

Для приготовления раствора в колбу помещают 5,6 г трилона Б, растворяют в 50 $см^3$ горячей дистиллированной воды и после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты по 5.1 и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

5.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

Для приготовления раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ 200—300 $см^3$ дистиллированной воды, растворяют в ней 4 г гидроокиси натрия и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор пригоден для использования в течение 2 мес при хранении в емкости из полиэтилена в нормальных климатических условиях.

5.4 Приготовление раствора бора

5.4.1 Приготовление раствора бора массовой концентрации 100 мг/$дм^3$

Для приготовления раствора в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 5 $см^3$ ГСО состава раствора бора массовой концентрации 1 мг/$см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении в емкости из полиэтилена в нормальных климатических условиях.

5.4.2 Приготовление раствора бора массовой концентрации 5 мг/$дм^3$

Для приготовления раствора в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 5 $см^3$ раствора бора концентрации 100 мг/$дм^3$ по 5.4.1 и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор пригоден для использования в течение одной недели при хранении в емкости из полиэтилена в нормальных климатических условиях.

5.5 Приготовление растворов ионов бората

5.5.1 Приготовление раствора ионов бората массовой концентрации 200 мг/$дм^3$

Для приготовления раствора в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 5 $см^3$ ГСО состава раствора ионов бората массовой концентрации 1 мг/$см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Концентрация бора в данном растворе составляет 36,7 мг/$дм^3$.

Раствор пригоден для использования в течение двух недель при хранении в емкости из полиэтилена в нормальных климатических условиях.

5.5.2 Приготовление раствора ионов бората массовой концентрации 20 мг/$дм^3$

Для приготовления раствора в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 5 $см^3$ раствора бората концентрации 200 мг/$дм^3$ по 5.5.1 и доводят дистиллированной водой до метки. Концентрация бора в данном растворе составляет 3,67 мг/$дм^3$.

Раствор пригоден для использования в течение одной недели при хранении в емкости из полиэтилена в нормальных климатических условиях.

5.6 Подготовка анализатора к измерениям и его градуировка

5.6.1 Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с инструкцией изготовителя. Возбуждение флуоресценции проводится в интервале длин волн 310—325 нм, регистрация флуоресценции — в интервале 350—375 нм.

5.6.2 Градуировку анализатора осуществляют измерением интенсивности флуоресценции градуировочного раствора и холостой пробы.

5.6.3 Для приготовления градуировочного раствора в мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 5 см^3 раствора бора по 5.4.2 массовой концентрации 5 мг/дм^3 или раствора ионов бората массовой концентрации 20 мг/дм^3 по 5.5.2, добавляют 5 см^3 смешанного реагента по 5.2. Содержимое колбы доводят до метки раствором гидроокиси натрия по 5.3, перемешивают и сразу же измеряют интенсивность флуоресценции $I_{гр}$.

5.6.4 Для приготовления холостой пробы в мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 5 см^3 дистиллированной воды, добавляют 5 см^3 смешанного реагента по 5.2. Содержимое колбы доводят до метки раствором гидроокиси натрия по 5.3, перемешивают и сразу же измеряют интенсивность флуоресценции I_0.

5.6.5 При использовании анализатора, предусматривающего автоматическую градуировку, настройку режима «Фон» проводят при помощи холостой пробы по 5.6.4; для настройки режима «Калибровка» используют градуировочный раствор по 5.6.3.

5.6.6 Для получения результатов определения бора в «ручном режиме» вычисляют градуировочный коэффициент f по формуле

$$f = \frac{c_{гр}}{I_{гр} - I_0}, \qquad (1)$$

где $c_{гр}$ — массовая концентрация бора в образце для градуировки, мг/дм^3 ($c_{гр}$ = 1 мг/дм^3 при использовании стандартного раствора бора по 5.4.2 или 0,73 мг/дм^3 при использовании стандартного раствора ионов бора по 5.5.2);

$I_{гр}$ — интенсивность флуоресценции градуировочного раствора по 5.6.3, отн. ед.;

I_0 — интенсивность флуоресценции холостого образца по 5.6.4, отн. ед.

6 Порядок проведения определения

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 5 см^3 пробы воды, добавляют 5 см^3 смешанного реагента по 5.2, содержимое колбы доводят до метки раствором гидроокиси натрия по 5.3, перемешивают и сразу же измеряют интенсивность флуоресценции $I_{изм}$ или массовую концентрацию бора $c_{изм}$ при помощи анализатора.

7 Правила обработки результатов определения

7.1 При использовании анализатора, допускающего автоматическую градуировку, массовую концентрацию бора в пробе $c_{изм}$, мг/дм^3, определяют на анализаторе по разделу 6.

7.2 При измерениях в «ручном режиме» массовую концентрацию бора в пробе $c_{изм}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_{изм} = f(I_{изм} - I_0), \qquad (2)$$

где f — градуировочный коэффициент, вычисленный по 5.6.6;

$I_{изм}$ — интенсивность флуоресценции пробы, измеренная прибором по разделу 6, отн. ед.;

I_0 — интенсивность флуоресценции холостой пробы, измеренная прибором по 5.6.4, отн. ед.

Для расчета массовой концентрации ионов бората в пробе воды полученные значения концентрации бора необходимо умножить на коэффициент 5,4.

8 Допустимая погрешность определения

8.1 Погрешность результатов определения при вероятности $P = 0,95$ приведена в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измеряемой массовой концентрации бора, мг/дм^3	Границы допустимой относительной погрешности, %
От 0,05 до 0,1 включ.	±65
Св. 0,1 » 0,5 »	±50
» 0,5 » 2,5 »	±25
» 2,5 » 5,0 »	±10

8.2 Нормативы контроля точности при вероятности $P = 0,95$ и числе измерений $n = 2$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измеряемой массовой концентрации бора, мг/дм^3	Нормативы контроля точности, %		
	сходимости d	воспроизводимости D	погрешности K
От 0,05 до 0,1 включ.	35	60	80
Св. 0,1 » 0,5 »	20	40	60
» 0,5 » 2,5 »	10	20	25
» 2,5 » 5,0 »	5	10	15

8.3 За результат определения принимают среднеарифметическое не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значения норматива сходимости d. Числовое значение результата определения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение допускаемого расхождения результатов параллельных определений.

8.4 Контроль точности измерений проводят в соответствии с правилами, изложенными в приложении Б.

9 Правила оформления результатов

Полученные результаты анализа регистрируют в протоколах, в которых указывают:

порядковый номер пробы;

дату отбора пробы и анализа;

результат измерения с указанием погрешности;

фамилию исполнителя.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Подготовка химической посуды для выполнения определений

При выполнении определений необходимо соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами:

А.1 Для мытья химичесой посуды необходимо использовать концентрированную серную или концентрированную азотную кислоту. Не допускается использовать соду, щелочи, синтетические моющие средства всех видов, хромовую смесь.

Посуду предварительно моют водопроводной водой, затем наливают на $^1/_2$ объема кислоту, тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд.

Пипетки с использованием груши не менее трех раз промывают кислотой, заполняя ею пипетки выше метки. Посуду промывают дистиллированной водой не менее пяти раз.

А.2 Для отбора каждого раствора необходимо использовать отдельную пипетку.

А.3 Для испытаний необходимо иметь отдельный набор посуды, который используют только для определения бора.

А.4 Для хранения растворов, за исключением приготовляемых непосредственно перед выполнением анализа, необходимо использовать посуду из полиэтилена, кварца или стекла, не содержащего бор.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Правила проведения контроля точности

Б.1 Контроль воспроизводимости

Б.1.1 Контроль воспроизводимости осуществляют путем сравнения результатов контрольных испытаний (анализов) одной и той же пробы, выполненных по методу настоящего стандарта разными исполнителями, на разном оборудовании, с использованием реактивов разных партий, в разное время.

Б.1.2 Для контрольных испытаний объем пробы должен соответствовать удвоенному объему, предусмотренному методом настоящего стандарта. Пробу делят на две равные части и проводят испытания в соответствии с Б.1.1.

Б.1.3 Результат контроля считают удовлетворительным при условии

$$|X_1 - X_2| \le \frac{D}{100} \cdot \frac{(X_1 + X_2)}{2}, \qquad (Б.1)$$

где X_1, X_2 — результаты анализа пробы, полученные по Б.1.1, соответственно разными исполнителями, мг/дм^3;

D — воспроизводимость (допускаемое расхождение между двумя результатами анализа одной и той же пробы), приведена в таблице 2 настоящего стандарта.

Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Б.2 Контроль погрешности

Б.2.1 Контроль погрешности выполняют методом добавок.

Б.2.2 Для контрольных испытаний объем пробы должен соответствовать удвоенному объему, предусмотренному методом настоящего стандарта.

Отобранный объем реальной пробы воды делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с методом настоящего стандарта, и получают результат анализа пробы X. Во вторую часть вносят добавку бора (или бората) C, используя градуировочные растворы или государственные стандартные образцы состава растворов бора или бората, и анализируют в соответствии с методом настоящего стандарта, получая результат анализа пробы с добавкой Y. Величина добавки должна составлять 30—100 % обнаруженного содержания X. При необнаружении анализируемого компонента в исходной пробе воды добавка должна в 2—5 раз превышать концентрацию, соответствующую нижней границе диапазона измерения.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|Y - X - C| \le \frac{K}{100} \cdot X, \qquad (Б.2)$$

где X — результат анализа пробы, мг/дм^3;

Y — результат анализа пробы с добавкой, мг/дм^3;

C — добавка определяемого компонента, мг/дм^3;

K — норматив контроля погрешности, %, приведенный в таблице 2 настоящего стандарта.

Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

ОКС 13.060.20 Н09 ОКП 01 3100

Ключевые слова: вода питьевая, бор, борат, определение массовой концентрации, флуориметрия

gost.e-ecolog.ru