ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Метод определения массовой концентрации бора

СТ РК 1016-2000

Издание официальное

**Комитет по стандартизации, метрологии и сертификации
Министерства энергетики, индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН учреждением "Центральная лаборатория по экологическим гидрохимическим и инженерно-геологическим исследованиям ЭКОГИДРОХИМГЕО»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства энергетики, индустрии и торговли Республики Казахстан от 15 ноября 2000г. № 80

3 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2006 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

4 ВВЕДЕН ВЗАМЕН инструкции НСАМ №279-Г (протокол №51 от 05.05.87).

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Метод определения массовой концентрации бора

Дата введения 2001-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую, природную, сточную воду и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой концентрации бора с реактивом АШ - резорцин.

Метод основан на реакции образования окрашенного в розовый цвет комплексного соединения борной кислоты с АЩ - резорцином в уксуснокислой среде (pH=5,3-5,8). Метод предназначен для определения бора в водных средах с минерализацией не более 8,0 г/дм^3 при содержании бора 0,01-140 мг/дм^3.

Не мешают определению бора при содержании в аликвотной части анализируемой пробы натрия - не более 200 мг, калия - не более 65 мг, магния - не более 50 мг, кальция - не более 50 мг, хлора - не более 100 мг, фтора - не более 40 мг, сульфат-иона - не более 200 мг, карбонат-иона -не более 20 мг, гидрокарбонат-иона - не более 10 мг, нитрит-иона - не более 0,05 мг, нитрат-иона -не более 100 мг, алюминия - не более 2 мг, железа (3+) - не более 0,15 мг, меди (2+) - не более 0,45 мг, титана (4+) -не более 0,001 мг, цинка - не более 2,5 мг, свинца - не более 2,5 мг.

Нижний предел обнаружения бора составляет 0,006 мг/дм^3. Метод может быть использован для целей сертификации, арбитражных и контрольных анализов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 ССТБ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

ГОСТ 12.1.007-76 ССТБ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности;

ГОСТ 61-75 Кислота уксусная. Технические условия;

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы. Технические условия;

Издание официальное

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия;

ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия;

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная;

ГОСТ 9656-75 Реактивы. Кислота борная;

ГОСТ 10652-73 Соль динатриевая этилендиамин - N.N.N'N^1-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия;

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия;

ГОСТ 24481-80 Вода питьевая. Отбор проб;

ГОСТ 27384-87 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств;

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой;

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть1. Общие требования.

3 Приборы, реактивы

3.1 Спектрофотометр любой модели, основная погрешность измерений не более 1 % абс.

3.2 Весы лабораторные аналитические, класс точности 2 (ГОСТ 24104).

3.3 pH-метр любой модели (погрешность измерения не более 0,1 PH).

3.4 Колбы мерные 2 класса точности (ГОСТ 1770).

3.5 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности (ГОСТ 29169).

3.6 Пипетки градуированные 2 класса точности (ГОСТ 29227).

3.7 Цилиндры мерные (ГОСТ 1770).

3.8 Соляная кислота (ГОСТ 3118), ч. д.а. или х.ч.

3.9 Борная кислота (ГОСТ 9656) ч.д.а. или х.ч.

3.10 Уксусная кислота (ГОСТ 61) ч.д.а. или х.ч.

3.11Натрия гидроокись (ГОСТ 4328) ч.д.а. или х.ч.

3.12 Динатриевая соль этилендиамин-N.N.N.^{1}N^1-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 ч.д.а, или х.ч.

3.13 Динатриевая соль 2,4-диоксибензол-(1-азо-1^1) -8^1-оксинафталин -3^1-6^1 -дисульфокислоты (АШ-резорцин) по действующей нормативной документации.

3.14 n-Нитрофенол по действующей нормативной документации.

3.15 Вода дистиллированная (ГОСТ 6709).

4 Требования безопасности

При анализе проб воды следует соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.1.007-76

5 Отбор и хранение проб

Пробы отбирают в бутыли из стекла, не содержащего бор, или в емкость из полиэтилена по: -ГОСТ 24481;

- МУ № 1Г/1, № 1Г/2, № 1Г/3;
- инструкции по отбору поверхностных и сточных вод на химический анализ Министерства экологии и биоресурсов,

Объём пробы воды для определения содержания бора должен быть не менее 100 $см^3$. Пробы воды не консервируют.

6 Подготовка к анализу

6.1 Соляная кислота 1:19.

К 950 смЗ дистиллированной воды добавляют 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (р =1,18) и перемешивают.

6.2 Натрия гидроксид, 2 % раствор.

2.00 грамма гидроксида натрия растворяют в 98 $см^3$ дистиллированной воды.

6.3 Трилон Б, 10% раствор.

10.00 грамм трилона Б растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды. После этого раствор нейтрализуют 2% раствором гидроксида натрия до pH=5,6 по индикатору n-Нитрофенол до появления желтой окраски, которую затем снимают добавлением соляной кислоты. Готовится перед проведением анализа.

6.4 п-Нитрофенол 0,1% раствор.

0.10 грамм п-Нитрофенола растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив три месяца.

6.5 АШ-резорцин,0,05% раствор.

0,050 грамм АШ-резорцина помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 30-50 $см^3$ воды, перемешивают до растворения соли, затем доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в тёмном месте, готовят в количестве достаточном на 3-4 рабочих дня.

6.6 Ацетатный буферный раствор с pH=(5,7±0,1) pH

72.00 грамма гидроксида натрия растворяют в 500 $см^3$ воды. После охлаждения раствора прибавляют 115,7 $см^3$ концентрированной уксусной кислоты (р =1,050) разбавляют водой до 1000 $см^3$, тщательно перемешивают. Величину pH контролируют на pH-метре.

6.7 Приготовление градуировочных растворов бора.

Основной градуировочный раствор, содержащий 100 мг бора в 1$дм^3$.

0,286 г. перекристаллизованной борной кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$. Раствор устойчив в течение трех месяцев при хранении в полиэтиленовой или кварцевой емкости.

Рабочий раствор, содержащий 10 мг бора в 1$дм^3$ раствора.

10 $см^3$ основного градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки, тщательно перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

6.8 Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 0,2; 0,5; 0,8; 1.0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 $см^3$ рабочего градуировочного раствора, содержащего 10 мг бора в 1 $дм^3$, что соответствует 0,002; 0,005; 0,008; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 и 0,030 мг бора. Прибавляют в колбы дистиллированную воду до обьёма 25 $см^3$, две капли 0,1% раствора n-Нитрофенола, добавляют гидроксид натрия до появления желтой окраски индикатора, которую затем снимают добавлением раствора соляной кислоты, прибавляют 2 $см^3$ 10% раствора трилона Б, 5 $см^3$ ацетатного буферного раствора (pH=5,6-5,8), 5 $см^3$ 0.05% раствора АШ-резорцина, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Доливают водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют в тёмном месте до следующего дня.

Для приготовления холостой пробы в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, помещают 25 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют две капли 0,1% раствора n-Нитрофенола, добавляют гидроксид натрия до появления желтой окраски индикатора, которую затем снимают добавлением соляной кислоты и далее как при приготовлении градуировочных растворов.

На следующий день (через 17-20 час.) измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к холостому раствору. По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абцисс содержание бора в мг, а по оси ординат -величину оптической плотности. Окраска шкалы устойчива 20 часов. Градуировочный график следует строить заново при использовании

новой партии ацетатного буферного раствора, АШ - резорцина и других реактивов.

7 **Проведение анализа**

Аликвотную часть анализируемой воды 1-25 $см^3$, содержащую не более 0,03 мг бора (оптимально 0,005-0,02 мг), отбирают пипеткой с одной отметкой и помещают в мерную колбу на 50 $см^3$. Если взято менее 25 $см^3$, доливают водой приблизительно до 25 $см^3$. Прибавляют две капли 0.1% раствора n-Нитрофенола и нейтрализуют соляной кислотой (1: 19) до обесцвечивания жёлтого раствора (в случае кислых вод сначала добавляют гидроксид натрия до появления жёлтой окраски индикатора, которую затем снимают добавлением раствора соляной кислоты). Прибавляют 2 $см^3$ 10% раствора трилона Б (при содержании кальция и магния более 20 мг в аликвотной части анализируемой пробы воды, прибавляют 5 $см^3$ 10% раствора трилона Б), 5 $см^3$ ацетатного буферного раствора (pH=5,6-5,8), 5 $см^3$

0.05% раствора АШ-резорцина, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Доливают водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют в тёмном месте до следующего дня.

На следующий день (через 17-20 час.) измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к холостому раствору. Содержание бора находят по градуировочному графику.

8 Обработка результатов анализа

Содержание бора в мг/дм^3 вычисляют по формуле:

$$C = A/V$$

где A - количество бора в аликвотной части, найденное по градуировочному графику, мг/дм^3;

V - обьём аликвотной части анализируемой пробы воды, дм^3.

9 Нормативы контроля измерений

9.1 Методика выполнения измерений обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей норм погрешности по ГОСТ 27384.

9.2 Нормативы контроля измерений в процентах при доверительной вероятности P= 0,95 и числе измерений n = 2 представлены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазоны измеряемой концентрации бора, мг/дм^3	Сходимости d	Воспроизводимости D
0.01-0,09	42	60
0,1-0,49	28	40
0,5-7,9	14	20
8.0-140	9	13

9.3 За результат определения принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значения норматива сходимости d.

9.4 Контроль точности измерений проводят в соответствии с приложением А.

9.5 Результаты измерений округляют до двух значащих цифр при содержании бора 0,1 мг/дм^3 и более и одной значащей цифры – при содержании менее 0.1 мг/дм^3

Приложение А
(рекомендуемое)

Алгоритм проведения контроля качества результатов измерений

А.1 Контроль воспроизводимости осуществляют путем сравнения результатов контрольных испытаний одной и той же пробы, выполненных по методу настоящего стандарта разными исполнителями с использованием реактивов разных партий, в разное время. Результат контроля считают удовлетворительным при условии:

$$(X_1 - X_2) \le \frac{D}{100} * \frac{(X_1 + X_2)}{2}$$

где X_1, X_2 - результаты анализа пробы, полученные разными исполнителями, мг/дм^3;

D - норматив контроля воспроизводимости.

А.2 Для контроля точности результатов определений используют стандартный образец состава природной воды или аттестованную смесь. Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X - C| \le \frac{D}{100} * C$$

где X - результат анализа стандартного образца или аттестованной смеси, мг/дм^3;

C - аттестованное значение компонента, мг/ дм^3;

D - норматив контроля воспроизводимости, приведенный в таблице. При контроле погрешности методом добавок отобранный объем пробы делят на две равные части. Одну часть анализируют в соответствии с методом настоящего стандарта и получают результат X. Во вторую часть вносят добавку C, используя государственные стандартные образцы состава растворов бора и получают результат анализа пробы с добавкой Y. Величина добавки должна составлять 30-100% от обнаруженного содержания X. Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|Y - X - C| \le \frac{D}{100} * X$$

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

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

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

D - норматив контроля воспроизводимости, приведенный в таблице.

Если условия не выполняются, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Приложение Б
(информационное)

Библиография

1 СТ РК 1.5-95 ГСС. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

2 СТ РК 1.2-98 ГСС. Порядок разработки государственных стандартов.

3 МУ № 1171, № 1Г/2, № 1Г/3-94, Алматы, 1994; МУ №1Г/1 "Качество воды. Отбор проб. Отбор, хранение, обработка водных проб. /включая подземные: питьевые, минеральные и поверхностные воды/ природных объектов и атмосферных осадков," Министерства геологии и охраны недр Республики Казахстан, Алматы, 1995 г.

4 Инструкция по отбору поверхностных и сточных вод на химический анализ Министерства экологии и биоресурсов, Алматы, 1994 г.

Приложение В
(обязательное)

Проект СТ РК "Метод определения массовой концентрации бора" разработан Учреждением "Центральная лаборатория по экологическим гидрохимическим и инженерно-геологическим исследованиям "Экогидрохимгео"

Директор Учреждения
"Центральная лаборатория по экологическим
и инженерно-геологическим исследованиям
"Экогидрохимгео" СЮ. Литвиненко

Исполнители: методист Л.Н. Терземан
инженер Н.Л. Федорова

Согласовано:
Главный врач Казахской Республиканской
санитарно- эпидемиологической станции М. Б. Спатаев
письмо № 41-2/32-15534 от 27.07.1999г.

УДК 63.6:543.3.006.354 **Группа Н 09**

Ключевые слова: метод определения, бор, вода, спектрофотометр, АШ-резорцин

ИНФОРМАЦИЯ О ПРОДЛЕНИЯ СРОКА ДЕЙСТВИЯ ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТОВ

Обозначение	Наименование	Номер и дата приказа	Срок действия
СТ РК 1016-2000	Вода. Метод определения массовой концентрации бора	№ 142-ОД от 6 марта 2008 года	до 01.01.2013 г.

(САС № 2 2008 ж.)

gost.e-ecolog.ru