ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Графиметрическии метод определения содержания сульфатов в природных, сточных водах

СТ РК 1015-2000

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 НС АМ № 316-Г.

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

Графиметрическии метод определения содержания сульфатов в природных, сточных водах

Дата введения 2001-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на природную, сточную воду и устанавливает гравиметрический метод определения концентрации сульфатов. Кроме того, стандарт распространяется на природно-столовуго, минеральную, в т.ч. бутилированную воду.

Метод основан на осаждении сульфат-иона в солянокислой среде хлористым барием в виде сернокислого бария. Оптимальное содержание сульфат-иона, позволяющее проводить определение из объема 10-100 $см^3$, составляет 30-300 $мг/дм^3$. Мешающее влияние взвешенных, коллоидных и гумусовых веществ, железа (+ 3), сульфидов, хрома устраняют в ходе анализа.

Нижний предел определения сульфат-иона-20 $мг/дм^3$.

Метод применим в целях сертификации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

ГОСТ 12.I.0C7-76 ССБТ. Вещества вредные. Классификация и общие требования безопасности;

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия;

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия;

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия;

ГОСТ 4108-72 Реактивы. Барий хлористый. Технические условия;

ГОСТ 4389-72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов. Весовой метод (арбитражный);

Издание официальное

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия;

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия;

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия;

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия;

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные шкафы бытовые. Общие технические условия;

ГОСТ 23268.0-91 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Правила приемки и методы отбора проб;

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

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры н размеры;

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

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835/1-85) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

3 Приборы, реактивы

- электропечь сопротивления камерная лабораторная (муфель) с температурой разогрева не менее 800 °С ;
- электроплиты, электроплитки по ГОСТ 14919;
- весы лабораторные общего назначения 2 класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы, эксикатор, капельницы, воронки, стаканы по ГОСТ 25336;
- стекло часовое;
- цилиндры, мензурки по ГОСТ 1770;
- -тигли по ГОСТ 9147;
- пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227;
- фильтры обеззоленные "синяя лента";
- фильтры "белая" или "желтая лента";
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277 х.ч. или ч.д.а.;
- кислота соляная по ГОСТ 3118 х.ч. или ч.д.а. (плотность 1,19 г/см^3);
- аммиак по ГОСТ 3760 ч.д.а.;
- барий хлористый по ГОСТ 4108 х.ч. или ч.д.а.;
- кислота азотная по ГОСТ 4461 х.ч. или ч.д.а. (плотность 1,40 г/см^3);
- пероксид водорода по ГОСТ 10929 х.ч. или ч.д.а.;
- кислота хлорная по действующей нормативной документации;
- метиловый оранжевый по действующей нормативной документации;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4 Требования безопасности

При анализе проб воды следует соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007.

5 Отбор и хранение проб

Пробы воды отбирают по:
- ГОСТ 23268.0;
- МУ № 1Г/1, МУ № 1П2, МУ № 1 Г/3-94;
- инструкции по отбору поверхностных и сточных вод на химический анализ Министерства экологии и биоресурсов.

6 Подготовка к анализу

6.1 Соляная кислота (1:1). К 100 $см^3$ дистиллированной воды приливают при помешивании 100 $см^3$ соляной кислоты (плотностью 1,19).

6.2 Барий хлористый, раствор с массовой долей 5%. 5,00 грамм $BaC1_2x2H_20$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 $см^3$. Раствор фильтруют через беззольный фильтр "синяя лента".

6.3 Серебро азотнокислое, раствор с массовой долей 1,7 %. 0,85 грамм $AgNO_3$ растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды и подкисляют одной каплей концентрированной азотной кислоты.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 %. 0,10 грамм метилового оранжевого растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем дистиллированной водой до 100 $см^3$

7 Проведение анализа

7.1 При необходимости проводят качественное определение содержания сульфат-ионов в анализируемой воде по ГОСТ 4389 п,2.4.1.

В зависимости от предполагаемого содержания сульфат-иона (качественная проба) отбирают в стакан вместимостью 250-400 $см^3$ 10-100 $см^3$ анализируемой пробы воды с таким расчетом, чтобы концентрация сульфат-иона не превышала 25-30 мг. Объем анализируемой пробы доводят дистиллированной водой до 100 $см^3$.

Мутные пробы воды предварительно отфильтровывают через фильтр "синяя лента".

Если осадок проходит через фильтр (раствор содержит взвешенные частицы) следует поступать как описано ниже.

7.2 В стакан с анализируемой пробой добавляют 2-3 капли раствора метилового оранжевого, соляную кислоту (1:1) до розовой окраски раствора и еще избыток 1$см^3$. Раствор нагревают до кипения. В случае

опалесцирующих и цветных проб, содержащих гумусовые вещества, выпадает осадок гуминовых кислот, взвешенные частицы коагулируют в виде хлопьев. Хорошо скоагулированный осадок фильтруют через фильтр "белая" или " желтая лента", промывают на фильтре несколько раз небольшими порциями горячей воды, подкисленной соляной кислотой, фильтрат нагревают до кипения и упаривают до 100 $см^3$.

7.3 В кипящий раствор при помешивании быстро приливают 10 $см^3$ горячего раствора хлористого бария и кипятят (5-10 минут) до полной коагуляции осадка сульфата бария. Затем оставляют на 1-2 часа на теплой плите, накрыв стаканы часовыми стеклами. При этом не следует допускать сильного упаривания растворов.

7.4 Осветленные растворы проверяют на полноту осаждения осторожным добавлением (по стенке стакана) одной-двух капель хлористого бария. Отсутствие мути указывает на полноту осаждения. Пробы оставляют до следующего дня при комнатной температуре.

7.5 На следующий день раствор фильтруют через фильтр "синяя лента", предварительно промытый горячей дистиллированной водой и уплотненный небольшим количеством обеззоленной фильтробумажной массы.

Осадок сульфата бария несколько раз декантируют тёплой (30-40) °С дистиллированной водой (можно холодной), затем количественно переносят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Осадок на фильтре промывают водой (10-12 раз) до отрицательной реакции на хлор-ион по реакции с раствором азотнокислого серебра, для чего к пробе фильтрата, отобранного в пробирку (или на часовое стекло) прибавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра.

7.7 Фильтр с осадком помещают в предварительно прокалённый и взвешенный фарфоровый тигель, который ставят в муфель. Высушивают и озоляют фильтр с осадком при открытой дверце муфеля, избегая воспламенения. Затем муфель закрывают, повышают температуру до 700-800°С и прокаливают 30-40 минут до получения осадка белого цвета. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Вместе с партией проб через весь ход анализа проводят две "холостые" пробы.

7.8 Пробы природной воды, содержащие тиосоли (тиосульфатные воды) и хром (хромовые воды), кислые железистые воды, подготавливают к анализу следующим образом.

7.9 Тиосульфатные воды.

Пробу исследуемой воды 0,5-10 $см^3$ (в зависимости от содержания соединений серы) помещают в стакан вместимостью 200-250 $см^3$, добавляют 0,5-1,0 $см^3$ 30% пероксида водорода, хорошо перемешивают, закрывают часовым стеклом и нагревают для полного перехода соединений серы в сульфат-ион. Пробу кипятят около 10 минут до разрушения основной массы пероксида водорода. Определение общей серы проводят по выше изложенной методике.

7.10 Хромовые воды.

Пробы воды 100 $см^3$ или меньший объём упаривают в стакане вместимостью 200-250 $см^3$ до объёма 10-20 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ хлорной кислоты и нагревают на горячей плите до густых паров хлорной кислоты. В момент дымления хлорной кислоты добавляют по каплям концентрированную соляную кислоту до полного удаления хлористого хромила и обесцвечивания раствора. Пробу упаривают до влажных солей, добавляют 100-150 мл дистиллированной воды и нагревают до растворения солей. Раствор количественно переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ дистиллированной водой и определяют сульфаты. На определение сульфатов берут 50 $см^3$ пробы, прибавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и далее поступают как описано выше, исключая операцию прибавления соляной кислоты (1:1). В расчетах учитывают разбавление основной пробы и фактическую аликвотную часть.

7.11 Кислые воды, содержащие железо.

Пробу воды 50-100 $см^3$ (в зависимости от предполагаемого содержания сульфатов) нейтрализуют аммиаком, прибавляя его до полного выделения гидроксида железа и других компонентов и появления устойчивого запаха аммиака. Раствор нагревают, избегая кипячения, и выдерживают до полной коагуляции гидроксидов. Осадок отфильтровывают через фильтр "белая" или "жёлтая лента", промывают горячей водой, в которую добавлен аммиак. Фильтрат нейтрализуют соляной кислотой (1:1) по метилоранжу, при необходимости упаривают до 100 $см^3$ и далее поступают, как описано выше.

8 Обработка результатов анализа

Содержание сульфатов в $мг/дм^3$ вычисляют по формуле:

$$C = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_{1x} - m_{2x})] \times 0{,}4116 \times 1000}{V} \qquad (1)$$

В случае хромовых вод по формуле:

$$C = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_{1x} - m_{2x})] \times 0{,}4116 \times 1000 \times 250}{V \times 50} \qquad (2)$$

где

m_1 - масса тигля с осадком, мг;

m_2 - масса пустого тигля, мг;

m_{1x}- масса тигля с осадком "холостой" пробы, мг;

m_{2x}- масса пустого тигля "холостой" пробы, мг;

0,4116 -коэффициент пересчёта сульфата бария на сульфат-ион;
V - объём воды, взятой для определения, см .

9 Нормативы контроля измерений

9.1 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 сульфатов, мг/дм^3	Сходимости d	Воспроизводимости D	Погрешности К
20,0-23,9	31	44	65
24,0-47,9	25	35	52
48,0-95,9	21	30	45
96,0-239,9	9	13	20
240,0 и более	5	7	11

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

9.3 Контроль точности измерений проводят в соответствии с приложением А.

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:

$$|X_1 - X_2| \leq \frac{D}{100} \times \frac{(X_1 - X_2)}{2} \qquad (A.1)$$

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:

$$|X - C| \leq \frac{D}{100} \times C \qquad (A.2)$$

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

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

К-норматив контроля погрешности, приведенный в таблице.

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

Приложение Б
(информационное)

Библиография

1 СТ РК 1.5-93 ГСС. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

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

3 МУ № 1Г/1, МУ №1172, МУ № 1Г/3 "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.

Приложение В
(обязательное)

Проект СТ РК "Гравиметрический метод определения содержания сульфатов в природных, сточных водах" разработан Учреждением "Центральная лаборатория по экологическим гидрохимическим и инженерно-геологическим исследованиям "Экогидрохимгео"

Директор Учреждения " Центральная лаборатория по экологическим, гидрохимическим и инженерно-геологическим исследованиям " Экогидрохимгео" — С.Ю. Литвиненко

Исполнители: Л.А. Кухаренко, Л.Н. Терземан, Л.П. Полякова, Н.Л. Федорова

Согласовано:
Главный врач Казахской Республиканской санитарно- эпидемиологической станции — М. Б. Спатаев
письмо № 41-2/15-2678 от 14.12.99

УДК 556.314.6.082;543.2.S49.76 **Группа Р 19**

Ключевые слова: вода, гравиметрический метод определения, сульфаты

ИНФОРМАЦИЯ О ПРОДЛЕНИЯ СРОКА ДЕЙСТВИЯ ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТОВ

Обозначение	Наименование	Номер и дата приказа	Срок действия
СТРК 1015-2000	Вода. Гравиметрический метод определения содержания сульфатов в природных, сточных водах	№ 142-ОД от 6 марта 2008 года	до 01.01.2013 г.

(ИУС №2 2008 г.)

gost.e-ecolog.ru