ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации стронция

Drinking water.
Method of determination of strontium mass concentration

ГОСТ 23950—80

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 января 1980 г. № 221 срок действия установлен

с 01.01.82
до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эмиссионный пламенно-фотометрический метод определения массовой концентрации стронция (Sr^{2+}).

Метод основан на измерении абсолютной интенсивности излучения наиболее чувствительной резонансной линии стронция 460,7 нм. Для возбуждения атомов стронция применяется пропан-воздушное или ацетилено-воздушное пламя. Определению мешают алюминий, железо, кремний и фосфор. Их влияние устраняется добавлением в раствор солей лантана или кальция.

Предел обнаружения стронция с доверительной вероятностью $P=0{,}95$ составляет 0,5—1 мг/л. Диапазон измерений 0,5—10 мг/л стронция.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы для определения стронция должен быть не менее 100 мл.

1.3. Пробы воды консервируют путем добавления 10 мл 10%-ной азотной кислоты на 1 л воды. Консервированная проба должна быть проанализирована в срок до одного месяца.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Спектрофотометр пламенный призменный или с дифракционной решеткой с электронным фотоумножителем (область максимальной спектральной чувствительности 400—500 нм) и автоматической записью на самописце при сканировании аналитического участка спектра. Могут быть использованы различные пламенно-фотометрические приборы, которые имеют вышеперечисленные устройства (например: С-302, ПСФ-1, СА-2, «Сатурн» и др.). Прибор должен обеспечивать определение минимальных содержаний стронция 0,5—1 мг/л. Эксплуатацию и порядок работы на приборах производят по инструкциям, прилагаемым к приборам.

Баллон со сжатым пропаном 3—50 по ГОСТ 15860—70 с редукционным вентилем типа РДГ-6 или баллон со сжатым ацетиленом с редуктором.

Манометр на 2—3 атм, класс точности 1,5.

Редуктор типа РДВ-5.

Баллон со сжатым воздухом или компрессор, обеспечивающий давление на выходе $\geqslant$ 3 атм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 мл.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1; 5; 100 мл.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 (плотностью 1,40), ч. д. а.

Кальций хлористый шестиводный ($CaCl_2 \cdot 6H_2O$), ос. ч.

Лантан хлористый шестиводный ($LaCl_3 \cdot 6H_2O$), ч. д. а.

Стронций азотнокислый ($Sr(NO_3)_2$), ч. д. а. по ГОСТ 5429—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 25%-ного и 10%-ного растворов азотной кислоты

Раствор готовят по ГОСТ 4517—75 разбавлением концентрированной азотной кислоты.

3.2. Приготовление концентрированного раствора хлористого кальция

500 г шестиводного хлористого кальция помещают в мерный сосуд вместимостью 1000 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор содержит около 0,1 г/мл кальция.

Хлористый кальций не должен быть загрязнен стронцием. Контроль проводят по пробе, которую готовят следующим образом: в 50 мл дистиллированной воды добавляют 1 мл раствора хлористого кальция.

3.3. Приготовление концентрированного раствора хлористого лантана

250 г шестиводного хлористого лантана помещают в мерный сосуд вместимостью 1000 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор содержит лантана около 0,1 г/мл.

3.4. Приготовление стандартных растворов стронция

Основной стандартный раствор стронция готовят по ГОСТ 4212—76. Для этого 0,241 г азотнокислого стронция растворяют в мерной колбе вместимостью 100 мл в дистиллированной воде, содержащей 0,5 мл 25%-ного раствора азотной кислоты, и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор содержит 1,00 мг/мл стронция. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения — до одного года.

Стандартный раствор с содержанием 0,100 мг/мл стронция; готовят разбавлением в 10 раз основного стандартного раствора дистиллированной водой, к которой добавлена 10%-ная азотная кислота из расчета 10 мл на 1 л. Этот раствор может храниться в сосуде из полиэтилена сроком до 3 мес.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. К 100 мл отобранной для анализа пробы приливают 2 мл раствора хлористого кальция или 1 мл раствора хлористого лантана и тщательно перемешивают.

Подготовленную для анализа пробу подают при помощи распылителя в пламя горелки. Используют воздушно-ацетиленовое или пропан-воздушное пламя. Воздух подают под давлением 1—1,5 атм при постоянном контроле стабильности его подачи по манометру. Количество подаваемого горючего газа контролируют по устойчивости синего конуса пламени, а стабильность регулируется редуктором, установленным непосредственно на баллоне.

На диаграммной ленте самописца регистрируется сигнал, соответствующий интенсивности резонансной линии стронция (460,7 нм). Абсолютная интенсивность излучения стронция прямо пропорциональна массовой концентрации стронция в пробе. Абсолютная интенсивность измеряется в делениях на диаграммной ленте самописца, исключая величину интенсивности фона спектра пробы и величину темного тока фотоумножителя.

Для построения градуировочного графика, необходимого для обработки результатов, готовят шкалу рабочих стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 1000 мл отбирают 5,0; 10,0; 20,0; 50,0; 100,0 мл стандартного раствора азотнокислого стронция, содержащего 0,100 мг/мл стронция, добавляют по 10 мл 10%-ного раствора азотной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация стронция в

рабочих стандартных растворах соответственно будет равна 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мг/л.

В стандартные растворы добавляют 2 мл раствора хлористого кальция или 1 мл раствора хлористого лантана на 100 мл стандартного раствора и анализируют их так же как и исследуемую воду, записывая интенсивность излучения стронция в порядке возрастания его массовой концентрации. Стандартные растворы измеряют в начале и в конце определения. Если анализируют 15 проб и более, то через каждые 10—15 проб повторяют измерение шкалы стандартных растворов. После измерения стандартных растворов, а также после каждой пробы, в горелку-распылитель подают дистиллированную воду до полной промывки горелки.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По стандартным растворам строят градуировочный график зависимости абсолютной интенсивности излучения стронция от его массовой концентрации в растворе. Для этого по оси абсцисс откладывают массовую концентрацию стронция в стандартных растворах (0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мг/л), а по оси ординат — соответствующие значения абсолютной интенсивности в делениях диаграммной ленты. График строят в линейном масштабе.

Измерив абсолютную интенсивность излучения стронция в пробе, по графику определяют его массовую концентрацию (мг/л) в анализируемой пробе.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух повторных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10%.

gost.e-ecolog.ru