Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания урана

Drinking water.
Method for determination of uranium content

ГОСТ 18921—73

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 июня 1973 г. № 1543 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен

до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения содержания урана (естественного и 238).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

☆

gost.e-ecolog.ru

Метод основан на реакции взаимодействия арсеназо III с четырехвалентным ураном с образованием раствора фиолетовой окраски. Чувствительность метода без предварительного концентрирования урана с осадком роданида кристаллвиолета — 0,04 мг/л, с предварительным концентрированием — 0,008 мг/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания урана должен быть не менее 500 мл.

1.3. Для предупреждения соосаждения радиоизотопов на стенках стаканов проба воды подкисляется азотной кислотой до кислой реакции по метилоранжу.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания используют следующие аппаратуру, реактивы и растворы:

фотоэлектроколориметр ФЭК-Н-57 или ФЭК-М;

печь муфельную до 900° С, с терморегулятором;

весы лабораторные равноплечие с оптическим отсчетом по ГОСТ 24104—80;

плитку электрическую по ГОСТ 14919—83;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

шкаф сушильный лабораторный;

щипцы тигельные;

посуду стеклянную химико-лабораторную вместимостью: стаканы химические 100, 500, 1000 мл; колбы мерные 50, 100 мл;

цилиндры мерные 50, 100 мл, пипетки мерные 1, 2, 5, 10 мл;

стекла часовые;

палочки стеклянные;

воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79;

кислоту хлорноватую;

арсеназо III;

кислоту аскорбиновую;

перекись водорода по ГОСТ 177—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;

кислоту щавелевую;

цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75;

уранил азотнокислый;

этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73;
метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79;
аммоний роданистый;
кристаллвиолет;
бумагу индикаторную универсальную;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.
Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого уранила.

0,211 г азотнокислого уранила растворяют в небольшом количестве воды, подкисленной азотной кислотой, в мерной колбе вместимостью 1 л.

1 мл раствора содержит 10^{-4} г урана.

3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого уранила.

Раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 и 100 раз 4 н. раствором соляной кислоты. 1 мл этого раствора содержит соответственно 0,01 и 0,001 мг.

3.3. Приготовление раствора для промывки.

8 мл соляной кислоты (1 : 1), 4 мл 40%-ного раствора роданида аммония, 5 мл 1%-ного кристаллвиолета доводят до 1 л дистиллированной водой.

3.4. Приготовление 4%-ного раствора щавелевой кислоты.

4 г щавелевой кислоты растворяют в 96 мл дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 0,05%-ного раствора арсеназо III.

0,05 г арсеназо III растворяют в 99,95 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 4 н. раствора соляной кислоты.

322 мл концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см^3) доводят до 1 л дистиллированной водой.

3.7. Приготовление 5%-ного раствора трилона Б

5 г трилона Б растворяют в 95 мл дистиллированной воды.

3.8. Приготовление 40%-ного раствора роданида аммония

40 г роданида аммония растворяют в 60 мл дистиллированной воды.

3.9. Приготовление 1%-ного раствора кристаллвиолета

1 г кристаллвиолета растворяют в 99 мл дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Определению урана мешают торий, цирконий, титан и редкоземельные элементы. Отношение урана к титану не должно превышать 1 : 10, к редкоземельным элементам 1 : 35 и 1 : 65 соответственно для иттриевой и цериевой группы, к лантану 1 : 65. Влияние циркония (до 5000 мг/л) устраняется введением в анализируемую пробу щавелевой кислоты. Если в анализируемой пробе присутствует торий в количествах, соизмеримых с ураном, пробу анализируют по видоизмененной схеме, описанной в п. 4.1.3. Для устранения других мешающих определению урана элементов пробу анализируют с предварительным отделением урана от примесей с осадком роданида-кристаллвиолета.

4.1. Определение урана без отделения его от сопутствующих примесей

4.1.1. Данный способ определения урана применим к воде с небольшим солевым составом. В химический стакан отмеряют 5—100 мл профильтрованной анализируемой пробы (в зависимости от предполагаемого содержания урана) и упаривают досуха. Остаток солей растворяют в 3,5 мл концентрированной соляной кислоты и после растворения доводят объем дистиллированной водой до 10 мл. После охлаждения к раствору прибавляют 1 мг аскорбиновой кислоты, 5—6 гранул металлического цинка (предварительно обработанного соляной кислотой). Затем помещают стакан на 9—10 мин в холодную воду, время от времени перемешивают раствор, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл и промывают стакан с цинком 4 н. раствором соляной кислоты, присоединяя эту кислоту к раствору в мерной колбе. Затем в колбу добавляют 2 мл 4%-ного раствора щавелевой кислоты (для устранения влияния циркония), 2 мл 0,05%-ного водного раствора арсеназо III и доводят объем до 50 мл 4 н. раствором соляной кислоты.

Раствор тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность его на электрофотоколориметре с красным светофильтром в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 или 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор арсеназо III в 4 н. растворе соляной кислоты. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 мл, содержащую 20 мл 4 н. раствора соляной кислоты, добавляют 2 мл 4%-ной щавелевой кислоты, 2 мл 0,05%-ного раствора арсеназо III и доводят объем до метки 4 н. раствором соляной кислоты. Содержание урана в анализируемой пробе определяют по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой в восемь градуированных химических стаканов вносят соответственно 0; 4; 8; 12; 16; 20; 24; 30 мкг урана, доводят объем до 10 мл 4 н. раствором соляной кислоты, добавляют 1 мг аскорбиновой кислоты, 5—6 гранул металлического цинка и оставляют на 9—10 мин (при охлаждении).

Далее поступают, как описано выше при определении урана.

4.1.2. Устранение влияния органических примесей

Если в анализируемой пробе воды присутствуют органические вещества, поступают следующим образом. Аликвотную часть анализируемой пробы упаривают до влажных солей, которые обрабатывают смесью трех кислот (HNO_3 — 10 мл и по 3 мл HCl и $HClO_3$), накрывают часовым стеклом и нагревают до просветления раствора. Затем снимают часовые стекла и упаривают досуха. Остаток растворяют в 3,5 мл концентрированной соляной кислоты и далее поступают, как изложено в п. 4.1.1.

4.1.3. Устранение влияния тория и циркония

Если в анализируемой пробе присутствует торий в соизмеримых с ураном количествах, поступают следующим образом. Отбирают две равные аликвотные части, в одной из которых определяют уран, как описано в п. 4.1.1. Вторая аликвотная часть служит для приготовления раствора сравнения. Вторую аликвотную часть обрабатывают так же, как и первую, но операцию восстановления урана цинком не приводят (цинк к пробе не добавляют).

Поскольку 6-валентный уран в 4 н. растворе соляной кислоты тоже дает цветную реакцию, хотя и значительно менее чувствительную, полученные в этом случае результаты будут занижены на 10—15%. Влияние циркония (до 5000 мг/л) устраняется введением в пробы, перед добавлением арсеназо III, 2 мл 4%-ной щавелевой кислоты. В этом случае такое же количество щавелевой кислоты добавляют при построении калибровочной кривой.

4.1.4. Устранение влияния титана

Титан не дает заметной цветной реакции с арсеназо III, но вызывает некоторое занижение результатов определения урана. При весовом соотношении U : Ti = 1 : 9 ошибка определения составляет 5%. При анализе проб, содержащих титан, необходимо иметь в виду, что металлический цинк восстанавливает титан до трехвалентного состояния: последний, являясь сильным восстановителем, тоже разрушает арсеназо III. Поэтому после обработки раствора цинком титан следует окислить солянокислым гидроксиламином.

4.2. Определение урана с предварительным отделением его от примесей с осадком роданида-кристаллвиолета

4.2.1. В зависимости от предполагаемого содержания урана отмеряют 50—500 мл анализируемой пробы в коническую колбу вместимостью 100—1000 мл. Если взятая проба не превышает 200 мл, то прибавляют 20 мл 5%-ного раствора трилона Б *, 5 мл 40%-ного раствора роданида аммония, доводят объем до 250 мл дистиллированной водой (предварительно наносят метку на кол-

* Если в пробе присутствуют большие количества железа, то количество трилона Б следует соответственно увеличить.

бе), нейтрализуют раствор аммиаком по универсальной индикаторной бумаге до pH 5 и прибавляют 2,5 мл соляной кислоты (1 : 1). Раствор перемешивают, энергично взбалтывая, а затем по каплям приливают 25 мл 1%-ного раствора кристаллвиолета. Если взятая проба превышает 200 мл, то все реактивы отмеряются в удвоенном количестве и в том же порядке.

После прибавления всех указанных реактивов объем доводят дистиллированной водой до 500 мл.

Через 1 ч выпавший осадок отфильтровывают через беззольный фильтр «белая лента» диаметром 9—15 мм, и промывают 5 раз промывным раствором. После пятикратного промывания осадок с фильтром подсушивают, переносят в фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 600° С в течение 1 ч. Прокаленный осадок после охлаждения растворяют при нагревании в 4—5 мл 4 н. раствора соляной кислоты и количественно переносят в химический стакан вместимостью 50 мл. Если осадок полностью не растворяется, то его отфильтровывают и промывают 4 н. раствором соляной кислоты, собирая фильтрат и промывной раствор в химический стакан. Общий объем фильтрата и промывного раствора не должен превышать 12 мл. После этого к фильтрату прибавляют 1 мг аскорбиновой кислоты, 5—6 гранул металлического цинка и далее поступают так, как описано в п. 4.1.1.

Для построения калибровочной кривой готовят растворы с содержанием 0; 4; 8; 12; 16; 18; 22; 26; 30 мкг урана в 100—180 мл воды. С этими растворами выполняют те же операции, что и с анализируемой аликвотной частью, а именно: к каждой пробе стандартного раствора прибавляют по 20 мл 5%-ного раствора трилона Б, 5 мл 40%-ного раствора роданида аммония, доводят объем до 250 мл дистиллированной водой, нейтрализуют раствор аммиаком по универсальной индикаторной бумаге до pH 5 и прибавляют 2,5 мл соляной кислоты 1 : 1. Раствор перемешивают и при энергичном взбалтывании по каплям приливают 25 мл 1%-ного раствора кристаллвиолета и далее поступают, как описано в п. 4.1.1.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание урана (C) в мг/л определяют по формуле

$$C = \frac{C_1}{V},$$

где C_1 — содержание урана, найденное по калибровочной кривой, мкг;

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

Точность определения ±10%.

gost.e-ecolog.ru