ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации мышьяка

Drinking water.
Method of determination of arsenic mass concentration

ГОСТ 4152—81

Взамен ГОСТ 4152—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1981 г. № 2165 срок действия установлен

с 01.07.82
до 01.07.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения массовой концентрации мышьяка.

Метод основан на восстановлении всех форм мышьяка до летучего мышьяковистого водорода (арсина) металлическим цинком в присутствии йодистого калия и хлористого олова и взаимодействии образующегося арсина с диэтилдитиокарбаматом серебра, растворенным в хлороформе с *l*-эфедрином. Интенсивность окраски образующегося при этом красно-фиолетового соединения измеряется на фотоэлектроколориметре при длине волны 535—540 нм. Мешающее действие сероводорода и сульфидов устраняется поглощением их ватой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца.

Чувствительность метода составляет 0,01 мг/л мышьяка при объеме пробы 100 мл.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481—80.

1.2. Объем пробы воды для определения массовой концентрации мышьяка должен быть не менее 300 мл.

1.3. Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты (из расчета 3 мл на 1000 мл) и определение проводят не позднее, чем через трое суток.

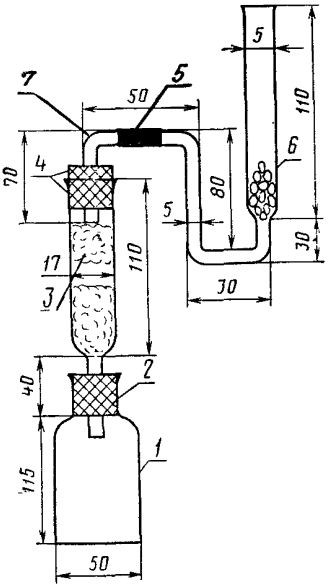
gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа используют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

фотоэлектроколориметр любой модели (λ=530—540 нм) или спектрофотометр любой модели;

прибор стеклянный для отгонки и определения мышьяка (см. чертеж).



Прибор состоит из реакционного сосуда *1* вместимостью 140—150 мл, в который помещают анализируемый раствор. В этот сосуд вставляют с помощью мягкой резиновой пробки *2* трубку *3*, в которую помещают почти до верха пропитанную уксуснокислым свинцом вату для поглощения и отделения сероводорода и сульфидов. Трубку *3* соединяют с трубкой *6* (в которую наливают раствор для поглощения арсина) с помощью мягкой резиновой пробки *4*, стеклянной трубки *7* и кусочка полиэтиленового шланга *5*. Собранный целиком прибор необходимо проверить на герметичность, смачивая мыльной пеной места соединения частей прибора. В проверенном на герметичность приборе помечают все его детали и при работе прибор собирают только из этих подогнанных частей;

весы аналитические лабораторные по ГОСТ 24104—80, класс точности 1, 2;

пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 или 3 мл;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100, 250 и 1000 мл;

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 100 мл;

колбы с притертыми пробками, по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 мл;

цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 10, 25, 50 и 100 мл;

шарики стеклянные диаметром около 7—8 мм;

пробки резиновые № 16 и 19 по ГОСТ 7852—76;

ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77, ч. д. а.;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а.;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, ч. д. а. или х. ч.;
кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. или х. ч.;
натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, ч. д. а.;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;
олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, ч. д. а.;
свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, ч. д. а.;
хлороформ медицинский;
цинк гранулированный (без мышьяка) по ГОСТ 989—75;
эфедрин или хлористоводородный эфедрин (медицинский);
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
вата аптечная;
фильтр бумажный.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных растворов мышьяка

Основной стандартный раствор мышьяка готовят из мышьяковистого ангидрида (который представляет собой сильнодействующий яд. Работа с ним требует особой осторожности) по ГОСТ 4212—76. Раствор содержит 0,10 мг/см³ мышьяка. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде, срок хранения до одного года.

Рабочий стандартный раствор с содержанием 0,001 мг/см³ мышьяка готовят разбавлением в 100 раз основного стандартного раствора, для чего 1 мл основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.2. Приготовление раствора нитрата серебра

1,70 г нитрата серебра растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.3. Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата натрия

2,25 г соли растворяют в 100 мл дистиллированной воды (если раствор мутный, то его фильтруют через бумажный фильтр с синей лентой).

3.4. Приготовление диэтилдитиокарбамата серебра

К раствору диэтилдитиокарбамата натрия, приготовленному по п. 3.3, приливают медленно в течение 15 мин при энергичном перемешивании раствор нитрата серебра (п. 3.2). Выделившийся при этом осадок диэтилдитиокарбамата серебра отфильтровывают через бумажный фильтр, промывают два-три раза небольшими порциями дистиллированной воды и высушивают до постоянной массы на воздухе в темном месте. Полученную соль хранят в темном плотно закрытом сосуде.

3.5. Приготовление раствора для поглощения арсина

В 100 мл хлороформа растворяют 0,165 г эфедрина и затем растворяют в этом растворе 0,225 г диэтилдитиокарбамата серебра. Если раствор мутный, то его фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый хлороформом. Раствор хранят в колбе с плотно притертой пробкой в темном месте, срок хранения до 3 мес.

В тех случаях, когда отсутствует эфедрин, его можно получить в лабораторных условиях из медицинского 2—5%-ного раствора хлористоводородного эфедрина, для чего в делительную воронку вместимостью 150—200 мл помещают 10 мл 5%-ного раствора хлористоводородного эфедрина (или 17 мл 3%-ного раствора или же 25 мл 2%-ного раствора), добавляют приблизительно 1 н. раствор гидроокиси натрия до pH ~ 11 (устанавливают по универсальной индикаторной бумажке) и экстрагируют эфедрин 100 мл хлороформа в течение 10 мин. Затем отделяют хлороформный раствор и растворяют в нем 0,225 г диэтилдитиокарбамата серебра.

3.6. Приготовление раствора йодистого калия

15,0 г йодистого калия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения раствора около месяца.

3.7. Приготовление раствора хлорида олова

40,0 г 2-водного хлористого олова растворяют при нагревании в 100 мл концентрированной соляной кислоты. Срок хранения раствора до одного года.

3.8. Приготовление раствора уксуснокислого свинца

Растворяют 10,0 г трехводного уксуснокислого свинца в 100 мл дистиллированной воды. Этим раствором пропитывают аптечную вату, которую затем высушивают на воздухе и хранят в плотно закрытой банке. Срок хранения ваты до шести месяцев.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В реакционный сосуд *1* помещают 100 мл анализируемой воды, добавляют 15 мл концентрированной соляной кислоты, 6 мл раствора йодистого калия, затем 0,5 мл раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют стоять в течение 15 мин (для восстановления всего мышьяка до трехвалентного состояния).

Далее тщательно соединяют все части прибора, положив в трубку *3* пропитанную уксуснокислым свинцом вату, а в трубку *6* помещают шесть-семь стеклянных шариков и наливают в нее 2 мл раствора для поглощения арсина. В реакционный сосуд *1* вносят

около 5 г гранулированного цинка, раствор перемешивают и тотчас же герметично соединяют все части прибора. Реакцию восстановления и поглощения арсина ведут в течение 60 мин, после чего разъединяют прибор и переносят раствор для поглощения арсина из трубки *6* через стеклянную воронку, задерживающую стеклянные шарики, в градуированную пробирку вместимостью 3—5 мл. Трубку *6*, стеклянные шарики и воронку обмывают несколько раз небольшими (~0,1 мл) порциями хлороформа, доводя конечный объем раствора в пробирке до 2 мл. Затем раствор переносят в кювету с толщиной слоя 5 мм (или 3 мм), закрывают кюветы крышками и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 535—540 нм относительно хлороформа. Количество мышьяка в пробе воды находят по градуировочному графику.

Работу обязательно проводить под тягой.

4.2. Построение градуировочного графика

В реакционные сосуды *1* помещают 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 мкг мышьяка, приливают дистиллированную воду до объема 100 мл и далее обрабатывают пробы, как описано в п. 4.1.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от количества мышьяка, откладывая по оси абсцисс количество мышьяка в мкг, а по оси ординат разность значений оптической плотности растворов и оптической плотности холостого опыта.

Анализы повторяют еще один-два раза по тем же вышеуказанным концентрациям стандартных растворов.

Градуировочный график следует проверять по двум-трем точкам для каждой новой партии раствора для поглощения арсина.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию мышьяка (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

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

где C — количество мышьяка в пробе, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% при массовой концентрации мышьяка на уровне предельно допустимой концентрации. Результат округляют до двух значащих цифр.

5.2. Сходимость результатов анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{2\,(P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \cdot 100,$$

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru