Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации алюминия

Drinking water.
Method of determination of aluminium mass concentration

ГОСТ 18165—81

Взамен ГОСТ 18165—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 алюминия с реактивом алюминон.

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном оранжево-красное труднорастворимое комплексное соединение. Реакция осуществляется при pH 4,5 в присутствии сульфата аммония.

Чувствительность метода составляет 0,05 мг/дм^3 алюминия при объеме пробы 25 мл.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481—80.

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

1.3. Анализ проводят не позднее чем через 2 ч после отбора пробы. Если анализ проводят позже, пробу консервируют добавлением 3 мл концентрированной соляной кислоты на 1 л воды. Срок хранения консервированной пробы 3 сут.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

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

фотоэлектроколориметр любой модели;

кюветы с толщиной слоя 30 мм;

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

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

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 мл;

чашки кварцевые по ГОСТ 19908—80, В/Н 100/71;

стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—80, В/Н 100/40;

колба типа П-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336—82;

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

квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, ч. д. а. или х. ч.;

квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238—77, ч. д. а. или х. ч.;

алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ГОСТ 9859—74, ч. д. а.;

аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, ч. д. а. или х. ч.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, ч. д. а.;

натрий серноватистокислый (тиосульфат) по СТ СЭВ 223—75, ч. д. а.;

кислоту аскорбиновую ч. д. а.

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. или х. ч.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. или х. ч.;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, ч. д. а. или х. ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

фильтры бумажные ФОМ (синяя лента).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,10 мг/дм^3

1,758 г двенадцативодной соли алюмокалиевых квасцов или

1,680 г двенадцативодной соли алюмоаммонийных квасцов помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 300—400 мл дистиллированной воды, растворяют соль, осторожно при перемешивании добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в колбе с хорошо пришлифованной пробкой. Срок хранения 3 мес.

3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,002 мг/см³

2 мл основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление раствора сульфата аммония

50,0 г сульфата аммония растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.4. Приготовление ацетатного буферного раствора (pH=4,5±0,1)

19,0 г трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и растворяют в 200—300 мл дистиллированной воды, приливают 8,5 мл ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; pH буферного раствора устанавливают потенциометрически и, при необходимости, доводят раствором гидроокиси натрия до pH 4,5.

3.5. Приготовление раствора гидроокиси натрия

5,0 г гидроокиси натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление раствора алюминона

0,500 г алюминона растворяют в 250 мл дистиллированной воды. Раствор следует использовать только через неделю после приготовления. Раствор алюминона хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения 3 мес.

3.7. Приготовление 0,01 н. раствора тиосульфата из фиксанала.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению алюминия мешают: окисное железо (Fe^{+3}), хлор, фториды, полифосфаты.

Влияние железа (Fe^{+3}) до массовой концентрации 0,3 мг/дм³ и более устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой до закисного железа (Fe^{+2}).

Влияние остаточного активного хлора до массовой концентрации 0,5 мг/дм³ устраняется восстановлением его аскорбиновой

кислотой. Для этого в 50 мл анализируемой воды добавляют и растворяют 25—30 мг аскорбиновой кислоты. При наличии в воде остаточного активного хлора более 0,5 мг/дм³ его влияние устраняется добавлением эквивалентного количества 0,01 н. раствора серноватистокислого натрия.

Влияние фторидов массовой концентрацией более 0,3 мг/дм³ и полифосфатов массовой концентрацией более 0,2 мг/дм³ устраняется выпариванием с серной кислотой. Для этого 50 мл анализируемой воды помещают в кварцевые чашку или стакан, приливают 2 мл концентрированной серной кислоты и упаривают раствор до полного удаления паров серной кислоты. Сухой остаток обрабатывают 5 мл концентрированной соляной кислоты и выпаривают раствор до состояния влажных солей. К остатку приливают 15—20 мл горячей дистиллированной воды, перемешивают и фильтруют раствор через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 мл.

Чашку или стакан, в котором упаривалась проба воды, а также фильтр промывают три-пять раз 5 мл горячей дистиллированной воды (40—60)° С, после охлаждения раствора его объем доводят до метки дистиллированной водой. В пробе воды, обработанной в зависимости от ее состава либо простым добавлением аскорбиновой кислоты, либо выпариванием с серной кислотой и дальнейшим введением аскорбиновой кислоты, определяют алюминий.

4.2. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25 мл обработанной воды (если массовая концентрация алюминия в воде более предельно допустимой концентрации 0,5 мг/дм³, то на анализ следует брать 10 мл воды), приливают 1 мл раствора сульфата аммония, перемешивают и добавляют 2 мл раствора алюминона. Раствор опять перемешивают, через 3—5 мин приливают 10 мл ацетатного буферного раствора и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят раствор для холостой пробы, не содержащий алюминий. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25 мл дистиллированной воды, добавляют 1 мл раствора сульфата аммония, перемешивают, добавляют 25—30 мг аскорбиновой кислоты, перемешивают и далее поступают, как описано выше. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 525—540 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм относительно холостой пробы. По градуировочному графику находят количество алюминия в пробе в микрограммах.

4.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 7,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 14,0 мкг алюминия, добавляют в колбы дистиллированную воду до объема примерно 20—

25 мл, приливают 1 мл раствора сульфата аммония, перемешивают, добавляют 25—30 мг аскорбиновой кислоты, перемешивают и далее проводят определение, как указано в п. 4.2.

Анализ со стандартными растворами алюминия повторяют еще два-три раза.

Строят калибровочный график зависимости оптической плотности растворов от количества алюминия, откладывая по оси абсцисс количество алюминия в микрограммах, а по оси ординат значение оптической плотности. График должен иметь прямолинейный характер.

Градуировочный график следует проверять по трем-четырем точкам еженедельно и строить заново при использовании новой партии алюминона и других реактивов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию алюминия (X) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

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

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

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 6% при массовой концентрации алюминия на уровне предельно допустимой концентрации.

Результат округляют до двух значащих цифр.

Сходимость результата анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

gost.e-ecolog.ru