МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 18294— 2004

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания бериллия

Издание официальное

Москва
ИПК Издательство стандартов
2004

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды» (ВСЕГИНГЕО, НПО «Люмэкс»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 25 от 26 мая 2004 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Армгосстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдовастандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 сентября 2004 г. № 8-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 18294—2004 введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2005 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 18294—89

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© ИПК Издательство стандартов, 2004

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 2
4 Отбор проб 3
5 Подготовка к проведению измерения 4
6 Порядок проведения измерения 7
7 Обработка результатов измерений 8
8 Характеристика погрешности измерений 9
9 Оформление результатов измерений 9
Приложение А (справочное) Порядок подготовки силикагеля 10
Приложение Б (рекомендуемое) Построение вспомогательной градуировочной зависимости 10
Библиография 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания бериллия

Drinking water.
Method for determination of beryllium content

Дата введения — 2005—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения концентрации бериллия от 0,1 до 50 мкг/дм^3 в питьевой воде и воде поверхностных и подземных источников питьевого водоснабжения с использованием флуориметрии.

Метод основан на выделении бериллия из пробы сорбцией на силикагеле в присутствии трилона Б, удерживающего в растворе ионы мешающих элементов (алюминия, железа, меди, цинка, марганца, кадмия, свинца, хрома), образовании в щелочной среде комплексного соединения бериллия с морином в присутствии маскирующих реагентов и измерении интенсивности его флуоресценции в диапазоне длин волн 510—530 нм при возбуждении в диапазоне длин волн 410—450 нм.

Метод может быть использован для целей сертификации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты и классификаторы:

ГОСТ 17.1.5.05—85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N, N-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24481—80* Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

МК (ИСО 3166) 004—97 Межгосударственный классификатор стран мира

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Анализатор жидкости (флуориметр или спектрофлуориметр) (далее — прибор), позволяющий регистрировать флуоресценцию жидких сред в области спектра 510—530 нм при ее возбуждении в области спектра 410—450 нм.

Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора ионов бериллия концентрации 0,1 мг/см^3, с погрешностью аттестованного значения не более ±2 %.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг.

Гири по ГОСТ 7328.

Колбы мерные наливные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-го класса точности ГОСТ 1770.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

Пробирки мерные вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770.
Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности по ГОСТ 29169.
Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227.
Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336, тип П-1.
Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.
Воронки фильтрующие со стеклянным фильтром по ГОСТ 25336.
Стаканы термостойкие по ГОСТ 25336.
Насос водоструйный по ГОСТ 25336.
Сито с сеткой диаметром ячеек 0,1 мм по ГОСТ 6613.
Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.
Сушильный шкаф, обеспечивающий рабочую температуру до 200 °С.
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».
Бумага индикаторная универсальная.
Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Кислота азотная (плотность 1,42 г/см^3) по ГОСТ 4461, х. ч.
Кислота соляная (плотность 1,19 г/см^3) по ГОСТ 3118, х. ч.
Кислота соляная, стандарт-титр.
Кислота серная, стандарт-титр.
Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч. д. а.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, х. ч.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.
Аскорбиновая кислота фармакопейная.
Кальций хлористый 6-водный, х. ч.
Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч.
Кислота лимонная моногидрат по ГОСТ 3652, ч. д. а.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.
Этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевая соль 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч. д. а.
Калия роданид по ГОСТ 4139, ч. д. а. (используют при подготовке силикагеля согласно приложению А).
Морин.
Силикагель технический марки КСК-Г по ГОСТ 3956 или «для хроматографии», размер частиц 10—100 мкм.

4 Отбор проб

4.1 Отбор проб питьевой воды — по ГОСТ 24481, отбор проб поверхностных вод — по ГОСТ 17.1.5.05. Для отбора, хранения и транспортирования проб используют сосуды из полимерных материалов или стекла.

4.2 Объем пробы — не менее 300 см^3.

4.3 Если измерения проводят более чем через 6 ч после отбора, то пробу консервируют добавлением концентрированной азотной кислоты из расчета 1 см^3 на 300 см^3 пробы (желательно на месте отбора) до pH менее 2,0. Если после консервации pH пробы больше 2,0 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), то продолжают добавлять азотную кислоту до pH менее 2,0.

4.4 Срок хранения законсервированной пробы — не более 72 ч.

5 Подготовка к проведению измерения

5.1 Приготовление вспомогательных растворов и реактивов

5.1.1 Раствор серной кислоты концентрации 0,0005 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра в два этапа. Вначале готовят раствор концентрации 0,05 моль/дм^3 в соответствии с прилагаемой к стандарт-титру инструкцией. Затем 10 см^3 приготовленного раствора добавляют к 990 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Срок хранения — один год.

5.1.2 Раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра в соответствии с прилагаемой к стандарт-титру инструкцией. Срок хранения — один год.

5.1.3 Раствор соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 200—300 см^3 дистиллированной воды, приливают 42 см^3 концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают, затем разбавляют дистиллированной водой до метки. Срок хранения — один год.

5.1.4 Раствор азотной кислоты, разбавленной 1:1

Определенный объем концентрированной азотной кислоты осторожно, порциями, при сильном перемешивании добавляют к такому же объему дистиллированной воды. Срок хранения — один год.

5.1.5 Раствор аскорбиновой кислоты концентрации 5 г/дм^3

0,5 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.1.6 Раствор аммиака, разбавленный 1:1

100 см^3 концентрированного раствора аммиака разбавляют равным объемом дистиллированной воды при перемешивании. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта — 2 мес.

5.1.7 Раствор гидроокиси натрия концентрации 2 моль/дм^3

80 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта. Срок хранения — 2 мес.

5.1.8 Раствор трилона Б концентрации 0,2 моль/дм^3

75 г трилона Б растворяют в теплой дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. Срок хранения — один год.

5.1.9 Раствор хлористого кальция концентрации 0,25 моль/дм^3

55,0 г 6-водного хлористого кальция или эквивалентное ему количество безводного хлористого кальция растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. Срок хранения — один год.

5.1.10 Раствор уксуснокислого натрия концентрации 4 моль/дм^3

545 г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм^3. Если раствор мутный, то его фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Раствор хранят в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта. Признаком непригодности является появление осадка.

Допускается приготовление меньших объемов раствора.

5.1.11 Ацетатный буферный раствор, pH 6,0

Смешивают 50 см^3 раствора уксуснокислого натрия концентрации 4 моль/дм^3 (5.1.10) и 60 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 (5.1.2). Рас-

твор хранят в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта. Срок хранения — 3 мес.

5.1.12 Боратный буферный раствор, pH 13,5

28,6 г борной кислоты и 96,0 г гидроокиси натрия растворяют последовательно в дистиллированной воде и доводят объем до 1 $дм^3$. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта. Срок хранения — 1 мес.

5.1.13 Комплексообразующий раствор

5 г трилона Б растворяют в 30—40 $см^3$ теплой дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. 2,5 г лимонной кислоты растворяют в 30—40 $см^3$ дистиллированной воды, переносят в ту же колбу, после чего объем доводят до 100 $см^3$ дистиллированной водой. Раствор используют не ранее чем через 1 сут, отбирая его с выпавшего осадка. Срок хранения — один год.

5.1.14 Раствор морина с массовой долей 0,02 % в этиловом спирте

0,02 г морина растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта. Раствор хранят в темном месте. Срок хранения в посуде из темного стекла в холодильнике — 3 мес.

5.1.15 Раствор морина с массовой долей 0,002 % в этиловом спирте

5 $см^3$ раствора морина с массовой долей 0,02 % (5.1.14) помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют до метки этиловым спиртом. Раствор готовят в день проведения анализа.

5.1.16 Раствор роданида калия с массовой долей 5 %

5 г роданида калия растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения — один год. Признаком его непригодности является появление окраски.

5.2 Подготовка силикагеля

Для испытаний используют силикагель размером частиц 10—100 мкм марки «для хроматографии». При отсутствии силикагеля с указанными требованиями готовят силикагель по методике, приведенной в приложении А.

Примечание — Использование силикагеля с более крупными частицами приводит к потере бериллия в процессе подготовки пробы. При использовании более мелкой фракции увеличивается время фильтрования.

5.3 Подготовка стеклянной посуды

5.3.1 Всю посуду, используемую для отбора, хранения, транспортирования проб и проведения анализа, промывают водопроводной водой, затем разбавленной 1:1 азотной кислотой (5.1.4) и тщательно ополаскивают дистиллированной водой не менее трех раз. После каждого анализа использованную посуду подвергают указанной обработке.

5.3.2 Не допускается использовать для мытья посуды соду, щелочи, все виды синтетических моющих средств и хромовую смесь.

5.3.3 Перед первым употреблением стаканы, в которых проводят упаривание растворов, необходимо прокипятить с 50 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 $моль/дм^3$ (5.1.2), после чего тщательно ополоснуть дистиллированной водой не менее трех раз.

5.4 Анализ холостой пробы

Анализ холостой пробы проводят для контроля качества азотной кислоты, используемой для консервирования проб. В качестве холостой пробы используют 300 $см^3$ дистиллированной воды, к которой добавляют 1 $см^3$ азотной кислоты. Отбирают 50 $см^3$ холостой пробы и проводят через все стадии анализа, указанные в 6.3. Измеряют интенсивность флуоресценции подготовленной холостой пробы согласно 6.4. Азотная кислота пригодна для консервирования проб, если измерен-

ная масса бериллия в холостой пробе не превышает 0,001 мкг. В противном случае необходимо заменить азотную кислоту.

Контролю подлежит каждая партия азотной кислоты

5.5 Подготовка прибора

Подготовку прибора для проведения измерений осуществляют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

5.6 Приготовление образцов для градуировки прибора

5.6.1 Раствор бериллия концентрации 1 мкг/см^3

1 см^3 ГСО состава раствора ионов бериллия концентрации 0,10 мг/см^3 отбирают при помощи пипетки, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором серной кислоты (5.1.1). Срок хранения — 1 мес.

5.6.2 Раствор бериллия концентрации 0,01 мкг/см^3

1 см^3 раствора бериллия (5.6.1) при помощи пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором серной кислоты (5.1.1). Раствор готовят в день проведения анализа.

5.6.3 Растворы для градуировки и контроля правильности градуировочной зависимости

В пять стаканов вместимостью 100 см^3 помещают по 50 см^3 дистиллированной воды и в четыре из них вносят 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 см^3 раствора бериллия концентрации 0,01 мкг/см^3 (5.6.2), что соответствует 0,005; 0,01; 0,025; 0,05 мкг бериллия.

В каждый стакан приливают по 2 см^3 раствора трилона Б (5.1.8) и 2 см^3 раствора хлористого кальция (5.1.9). Растворы перемешивают и добавляют несколько капель раствора аммиака (5.1.6) до pH 6,0 (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Затем приливают 10 см^3 ацетатного буферного раствора (5.1.11) и вносят 0,5 г силикагеля (5.2). Полученный раствор перемешивают в течение 2 мин. Отфильтровывают силикагель через фильтр «белая лента» и повторяют процедуру сорбции бериллия из фильтрата, добавив 0,5 г силикагеля. Силикагель отфильтровывают через тот же фильтр и фильтрат отбрасывают.

Промывают силикагель три-четыре раза дистиллированной водой, пропуская воду через фильтр. Смывают силикагель с фильтра струей дистиллированной воды в термостойкий стакан вместимостью 50 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты (5.1.3) и нагревают на плитке 5—10 мин, не доводя раствор до кипения. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры и отфильтровывают силикагель через тот же фильтр в стакан вместимостью 50—100 см^3, промывают силикагель на фильтре небольшим количеством дистиллированной воды. Силикагель отбрасывают, раствор упаривают до объема 2—3 см^3, переносят в мерную градуированную пробирку и разбавляют до 5 см^3 дистиллированной водой.

К полученному раствору прибавляют 0,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (5.1.5), 0,25 см^3 раствора гидроокиси натрия (5.1.7), 0,5 см^3 комплексообразующего раствора (5.1.13), 0,2 см^3 раствора морина в этиловом спирте (5.1.15) и 0,5 см^3 боратного буферного раствора (5.1.12), тщательно перемешивая после добавления каждого раствора. Градуировочные растворы используют не ранее чем через 5 мин и не позднее чем через 10 мин после приготовления.

5.7 Градуировка прибора

5.7.1 Градуировку прибора проводят в день проведения анализа.

5.7.2 Для градуировки прибора используют раствор, не содержащий бериллия, и раствор, содержащий 0,05 мкг бериллия, приготовленные по 5.6.3.

5.7.3 Если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, устанавливают градуировочную зависимость при помощи программного обеспечения в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. Например, настройку режима «Фон» проводят по раствору, не содержащему бериллия, а для вычисления градуировочного коэффициента используют градуировочный раствор, содержащий 0,05 мкг бериллия. Полученные данные заносят в память прибора.

5.7.4 Если прибор не предусматривает проведения автоматической градуировки, то измеряют не менее двух раз интенсивность флуоресценции каждого градуировочного раствора, приготовленного по 5.6.3, в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора и вычисляют среднеарифметическое полученных значений интенсивности флуоресценции.

Строят зависимость интенсивности флуоресценции градуировочных растворов от массы бериллия, которая должна быть линейной.

5.8 Контроль правильности градуировочной зависимости

5.8.1 Правильность градуировочной зависимости с использованием компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации (5.7.3) контролируют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. Например, после проведения градуировки измеряют массу бериллия в образцах, содержащих 0,005; 0,01; 0,025 мкг бериллия (5.6.3).

5.8.2 Если прибор не предусматривает проведение автоматической градуировки, то, используя градуировочную зависимость по 5.7.4, по интенсивности флуоресценции, измеренной в процессе градуировки (5.7.3), определяют массу бериллия в каждом градуировочном растворе.

5.8.3 Градуировочную зависимость признают правильной, если расхождение действительной и измеренной масс не превышает 10 % действительного значения в диапазоне 0,025—0,05 мкг бериллия и 20 % — в диапазоне 0,005—0,025 мкг.

5.8.4 Если условия 5.8.3 не выполняются, то проверяют работоспособность прибора в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации, после чего градуировку прибора проводят заново со свежеприготовленными градуировочными растворами (5.6.3).

Примечание — При выяснении причин отрицательного результата контроля правильности градуировочной характеристики перед повторным построением градуировочной зависимости рекомендуется построить вспомогательную градуировочную зависимость согласно приложению Б и выполнить процедуры контроля по 5.8.1—5.8.3. Если результаты контроля вспомогательной градуировочной зависимости удовлетворительные, то наиболее вероятной причиной возникновения неудовлетворительных результатов контроля градуировочной зависимости является стадия сорбции бериллия. Неудовлетворительные результаты контроля вспомогательной градуировочной зависимости указывают на неудовлетворительное качество реактивов, использованных для приготовления вспомогательных растворов (5.1).

6 Порядок проведения измерения

6.1 Одновременно анализируют не менее двух аликвотных порций пробы исследуемой воды.

6.2 Если пробу не консервировали, то перед началом анализа к ней добавляют азотную кислоту из расчета 1 $см^3$ на 300 $см^3$ пробы.

6.3 Аликвотную порцию пробы воды 50 см^3 помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора трилона Б (5.1.8) и 2 см^3 раствора хлористого кальция (5.1.9). Дальнейшую обработку пробы проводят по 5.6.3, начиная со стадии добавления раствора аммиака.

6.4 Интенсивность флуоресценции подготовленной пробы измеряют не менее двух раз в тех же условиях, в которых была установлена градуировочная зависимость.

7 Обработка результатов измерений

7.1 За результат измерения принимают среднеарифметическое значение интенсивности флуоресценции пробы воды, подготовленной по 6.3. Расхождение результатов не должно превышать 12 % в диапазоне 0,005—0,025 мкг бериллия и 7 % — в диапазоне 0,025—0,050 мкг. При превышении указанных значений выясняют и устраняют причины нестабильности результатов измерения.

7.2 Массу бериллия в пробе воды m в микрограммах определяют при помощи градуировочной зависимости, полученной по 5.7.

7.3 Если масса бериллия по 7.2 превышает 0,05 мкг, то исходную пробу необходимо разбавить дистиллированной водой и провести повторное измерение массы бериллия в разбавленной пробе согласно 6.4. Коэффициент разбавления пробы $K_р$ вычисляют по формуле

$$K_р = \frac{V_{р.п}}{V_a}, \qquad (1)$$

где $V_{р.п}$ — объем разбавленной пробы, см^3;

V_a — объем исходной пробы, взятый для разбавления, см^3.

7.4 Концентрацию бериллия в анализируемой пробе воды C, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m K_р}{V_{пр}}, \qquad (2)$$

где m — масса бериллия в пробе по 7.2 или 7.3, мкг;

$K_р$ — коэффициент разбавления пробы по 7.3. Если пробу не разбавляют, принимают $K_р = 1$;

$V_{пр}$ — объем анализируемой пробы воды по 6.1, дм^3.

7.5 За результат определения концентрации бериллия в пробе воды принимают среднеарифметическое значение результатов измерений в двух аликвотных порциях пробы воды.

Расхождение между результатами измерений в аликвотных порциях анализируемой пробы C_1 и C_2 (мкг/дм^3) не должно превышать предела сходимости (повторяемости) r (%), указанного в таблице 1, т. е. результат измерений считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\frac{200\,|C_1 - C_2|}{|C_1 + C_2|} \le r. \qquad (3)$$

Если условие (3) не выполняется, то проводят повторные измерения и расчет результатов согласно [1], п. 5.2.

7.6 Результат измерения представляют в виде $C \pm \Delta$, мкг/дм^3,

где C — концентрация бериллия в пробе по 7.5, мкг/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности определения концентрации бериллия, мкг/дм^3, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Границы абсолютной погрешности Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \overline{X}}{100}, \qquad (4)$$

где δ — границы относительной погрешности измерения погрешности результатов определения концентрации бериллия в пробе воды, % (таблица 1);

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений по 7.5, мкг/дм^3.

8 Характеристика погрешности измерений

8.1 Значения пределов сходимости (повторяемости) r и воспроизводимости R, а также значения границ допускаемой относительной погрешности результатов определения концентрации бериллия в пробе воды δ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ и числе измерений $n = 2$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Диапазон измеряемой концентрации бериллия, мкг/дм^3	r	R	$\pm \delta$
От 0,1 до 0,5 включ.	40	65	50
Св. 0,5 » 5,0 »	20	35	25
» 5,0 » 50,0 »	15	20	15

8.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях сходимости (повторяемости) и воспроизводимости, проводят согласно [1], пункты 5.2 и 5.3.

8.3 Контроль стабильности результатов измерений осуществляют в соответствии с требованиями [1], раздел 6.

9 Оформление результатов измерений

Полученные результаты регистрируют в протоколе, в котором указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- порядковый номер пробы;
- отклонения при проведении определения, если таковые имелись, и факторы, отрицательно влияющие на результаты анализа;
- дату отбора пробы и проведения измерений;
- результат измерения;
- фамилию исполнителя.

Приложение А
(справочное)

Порядок подготовки силикагеля

А.1 Крупный силикагель марки КСК-Г по ГОСТ 3956 размалывают и просеивают через сито 0,1 мм.

А.2 Прошедший через сито силикагель помещают в цилиндр или высокий стакан и заливают дистиллированной водой до высоты 25 см от уровня поверхности силикагеля. Содержимое сосуда интенсивно взбалтывают и оставляют на 20 мин. Через 20 мин взвесь декантируют и отбрасывают.

А.3 Повторяют операции по А.2 до тех пор, пока сливаемая жидкость не будет прозрачной (обычно не менее трех раз). Оставшийся силикагель имеет заданный размер зерен (10—100 мкм).

А.4 Оставшийся силикагель очищают от железа обработкой горячим раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 по 5.1.3 настоящего стандарта в течение 20 мин из расчета 300—400 см^3 раствора на 100 г силикагеля. Отфильтровывают силикагель с помощью водоструйного насоса на стеклянный пористый фильтр и проверяют фильтрат на наличие железа, добавляя несколько капель 5 %-ного раствора роданида калия по 5.1.16 настоящего стандарта. При появлении кроваво-красной окраски обработку свежими порциями соляной кислоты продолжают до отрицательной реакции фильтрата на железо.

А.5 Силикагель отмывают от соляной кислоты дистиллированной водой до pH более 5,0 (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Промытый силикагель 5 мин обрабатывают при перемешивании ацетатным буферным раствором с pH 6,0 по 5.1.11 настоящего стандарта из расчета 300—400 см^3 на 100 г силикагеля. После отстаивания раствор декантируют и повторяют обработку ацетатным буферным раствором.

Силикагель промывают дистиллированной водой не менее пяти раз (на 100 г силикагеля берут 200 см^3 дистиллированной воды), тщательно перемешивая в течение 5 мин. Промытый силикагель отсасывают на воронке в вакууме водоструйного насоса не менее 30 мин, переносят в фарфоровые чашки и высушивают при 105 °С — 110 °С в течение 1 ч.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Построение вспомогательной градуировочной зависимости

В четыре мерные пробирки вместимостью 10 см^3 при помощи пипетки помещают 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 см^3 раствора бериллия концентрации 0,01 мкг/см^3 по 5.6.2 настоящего стандарта, что соответствует 0,005; 0,01; 0,025; 0,05 мкг бериллия. Добавляют пипеткой дистиллированную воду до объема 5 см^3 (т. е. 4,5; 4,0; 2,0; 0,0 см^3 соответственно). В пятую пробирку помещают пипеткой 5,0 см^3 дистиллированной воды. Во все пробирки прибавляют по 0,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты по 5.1.5 настоящего стандарта, 0,25 см^3 раствора гидроокиси натрия по 5.1.7 настоящего стандарта, 0,5 см^3 комплексообразующего раствора по 5.1.13 настоящего стандарта, 0,2 см^3 раствора морина в этиловом спирте по 5.1.15 настоящего стандарта и 0,5 см^3 боратного буферного раствора по 5.1.12 настоящего стандарта, тщательно перемешивая после добавления каждого раствора. Градуировочные растворы используют не ранее чем через 5 мин и не позднее чем через 10 мин после приготовления.

Прибор градуируют, как указано в 5.7 настоящего стандарта.

Библиография

[1] ИСО 5725-6:1994* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

УДК 628.1.033:543.06:006.354 МКС 13.060 19.020 Н09 ОКП 01 3100

Ключевые слова: питьевая вода, бериллий, определение содержания, флуориметрический метод

gost.e-ecolog.ru