МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации стронция

ГОСТ 23950—88

Drinking water.
Method for determination of strontium mass concentration

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.90

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эмиссионный пламенно-фотометрический метод определения массовой концентрации стронция.

Эмиссионный пламенно-фотометрический метод основан на измерении абсолютной интенсивности излучения наиболее чувствительной резонансной линии стронция 460,7 нм при возбуждении его в пропановоздушном или ацетиленовоздушном пламени. Влияние мешающих компонентов устраняют добавлением в пробу хлористых солей лантана или кальция. Предел обнаружения стронция с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ составляет 0,5 мг/дм^3. Диапазон измерений 0,5—10 мг/дм^3 (при массовой концентрации стронция свыше 10 мг/дм^3 пробу разбавляют дистиллированной водой).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481*. Объем пробы для определения стронция должен быть не менее 100 см^3.

1.2. Пробы воды консервируют путем добавления 1 см^3 азотной кислоты разбавленной в соотношении 1:5, приготовленной по ГОСТ 4517, в 100 см^3 пробы.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 см^3, класс точности 2.

Пипетки мерные по ГОСТ 29227 вместимостью 0,5; 1; 5; 10; 25; 50; 100 см^3, класс точности 2.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104**, класс точности 2.

Азотная кислота по ГОСТ 4461.

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

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

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

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Манометр на 0,2—0,3 МПа, класс точности 1,5.

Редуктор типа РДВ-5.

Спектрометр с системой призм или с дифракционной решеткой, с электронным фотоумножителем (область максимальной спектральной чувствительности 400—500 нм), с автоматической записью на самописце при сканировании аналитического участка спектра, с пламенным атомизатором, работающий в эмиссионном режиме. Прибор должен обеспечивать определение минимальных содержаний стронция (0,5—2,0 мг/дм^3).

Баллон со сжатым пропаном с редуктором типа РДГ-6 или баллон со сжатым ацетиленом с редуктором типа ДАП-1.

Баллон со сжатым воздухом или компрессор, обеспечивающий давление на выходе не менее 0,3 МПа.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие спектрометры, имеющие аналогичные метрологические характеристики.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора хлористого кальция массовой концентрации 100 г/дм^3 кальция

500 г шестиводного хлористого кальция помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают дистиллированную воду до метки и перемешивают.

3.2. Приготовление раствора хлористого лантана массовой концентрации 100 г/дм^3 лантана

250 г шестиводного хлористого лантана помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают дистиллированную воду до метки и перемешивают.

3.3. Приготовление стандартных растворов стронция

Для приготовления основного стандартного раствора массовой концентрации 1,00 г/дм^3 стронция 0,241 г азотнокислого стронция помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в дистиллированной воде, содержащей азотную кислоту, доводя объем раствора до метки. Азотную кислоту добавляют в дистиллированную воду из расчета 0,5 см^3 кислоты, разбавленной 1:2, на 100 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения — не более одного года.

Стандартный раствор массовой концентрации 0,10 г/дм^3 стронция готовят разбавлением в 10 раз основного стандартного раствора дистиллированной водой, в которую добавлена азотная кислота из расчета 10 см^3 кислоты, разбавленной 1:5, на 1000 см^3 дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. К 100 см^3 отобранной для анализа пробы приливают 2 см^3 раствора хлористого кальция или 1 см^3 раствора хлористого лантана, приготовленных как указано в пп. 4.2 и 4.3, и тщательно перемешивают. Подготовленную для анализа пробу подают с помощью распылителя в пламя горелки. Используют ацетиленовоздушное или пропановоздушное пламя. Воздух подают под давлением 0,1—0,15 МПа при постоянном контроле стабильности его подачи по манометру. Стабильность подачи горючего газа обеспечивается редуктором, установленным

непосредственно на баллоне. Количество подаваемого в горелку горючего газа контролируют по величине и устойчивости синего конуса пламени.

На диаграммной ленте самописца регистрируют сигнал, соответствующий интенсивности резонансной линии стронция (460,7 нм). Абсолютная интенсивность излучения стронция прямо пропорциональна содержанию его в пробе. Абсолютную интенсивность измеряют в делениях диаграммной ленты самописца, исключив интенсивность фона спектра пробы и темновой ток фотоумножителя.

4.2. Для построения градуировочного графика готовят шкалу рабочих стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 1000 $см^3$ отбирают 5; 10; 25; 50; 100 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 0,10 $г/дм^3$ стронция, добавляют по 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и доводят дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация стронция в рабочих стандартных растворах соответственно составляет 0,50; 1,00; 2,50; 5,00; 10,0 $мг/дм^3$. В 100 $см^3$ каждого стандартного раствора и анализируемой пробы добавляют по 2 $см^3$ раствора хлористого кальция или по 1 $см^3$ раствора хлористого лантана.

4.3. Пробы и стандартные растворы подают с помощью распылителя в пламя горелки и регистрируют интенсивность излучения стронция. Стандартные растворы измеряют в порядке возрастания массовой концентрации стронция в начале и в конце определения. Если анализируют более 15 проб, то через каждые 10 проб повторяют измерение шкалы стандартных растворов. После измерения стандартных растворов и после каждой пробы горелку-распылитель промывают дистиллированной водой.

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 значение массовой концентрации стронция в стандартном растворе (0,50; 1,00; 2,50; 5,00; 10,0 $мг/дм^3$), а по оси ординат — соответствующие значения абсолютной интенсивности в делениях диаграммной ленты. График строят в линейном масштабе.

Измерив абсолютную интенсивность излучения стронция в пробе, определяют по графику его массовую концентрацию ($мг/дм^3$) в анализируемой пробе.

5.2. Допускаемые значения показателя точности измерений в зависимости от диапазона измеряемых содержаний стронция приведены в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон измеряемой массовой концентрации стронция, $мг/дм^3$	Предел допускаемых значений относительного среднеквадратичного отклонения результатов измерений σ_p [$\mathring{\Delta}_r$]	Предел допускаемых значений относительного расхождения двух измерений одной пробы, выполняемых в разных условиях, при $P = 0{,}95$ $\Delta_{p,r} = 2{,}77\ \sigma_p$ [$\mathring{\Delta}_r$]
От 0,5 до 5 включ.	10	28
Св.5	5	14

5.3. Систематическая составляющая погрешности измерений должна быть не более $^1/_3$ значения предела допускаемого значения среднеквадратичного отклонения результатов измерений.

5.4. Точность измерений контролируют путем анализа зашифрованных (в том числе стандартных) проб, включаемых в каждую партию. Контрольные пробы должны составлять не менее 30 % при количестве анализируемых рядовых проб более 15 и 100 % при меньшем количестве проб в партии. Стопроцентный контроль проводят также при оценке качества воды в целях установить возможность ее применения для питьевого водоснабжения при массовой концентрации стронция от 6 до 8 мг/дм^3 (при ПДК 7 мг/дм^3).

5.5. Расхождение между основным и контрольным результатами одной пробы (Δ_r) вычисляют по формуле

$$\Delta_r = \frac{2 \cdot (C_1 - C_2)}{C_1 + C_2} \cdot 100,$$

где C_1 — результат основного измерения;

C_2 — результат контрольного измерения.

Полученное значение Δ_r сравнивают со значением $\Delta_{p,r}$ (см. табл.1). Если $\Delta_r < \Delta_{p,r}$, то результат анализа считают правильным, если $\Delta_r > \Delta_{p,r}$ то при стопроцентном контроле анализ повторяют до получения удовлетворительных результатов, а при тридцатипроцентном контроле (число проб в выборке более 15) число промахов должно укладываться в допустимое приемочное число, указанное в табл. 2.

Таблица 2

Число анализируемых проб	Число контрольных проб	Приемочное число
15—60	5—20	1
61—100	20—30	2
101—150	30—50	3

Если число промахов больше приемочного числа, анализ повторяют до получения удовлетворительных результатов.

5.6. Систематическую погрешность (Δ_s) контролируют по стандартным образцам (не реже двух раз в год, а также при смене оборудования и стандартных растворов). Расчет ведут по формуле

$$\Delta_s = \frac{\overline{C} - C_0}{C_0} \cdot 100$$

при числе параллельных определений не менее пяти,

где $\overline{C}$ — среднее значение измерений;

C_0 — аттестованное значение содержания стронция.

Систематическая составляющая погрешности должна соответствовать требованиям п. 5.3.

5.7. Стабильность работы аппаратуры и градуировочного графика контролируют путем регулярного повторения анализа серии стандартных растворов через каждые 10—15 проб, а также в начале и конце съемки.

5.8. Загрязненность реактивов стронцием контролируют путем проведения анализа «холостых» проб на реактивы.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством геологии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.08.88 № 2932

3. ВЗАМЕН ГОСТ 23950-80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4517—87	1.2
ГОСТ 5429—74	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 29227—91	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru