ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва — 1994

УДК 663.6:006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Вода питьевая. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 августа 1994 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты».

В $\frac{2103000000-048}{085(02)-94}$ Без опубл.

ISBN 5—7050—0420—6

© Издательство стандартов, 1994

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации бериллия

ГОСТ 18294—89

Drinking water. Method for determination of beryllium mass concentration

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает флуоресцентный метод определения массовой концентрации бериллия.

Метод основан на измерении интенсивности флуоресценции соединения, образующегося при взаимодействии бериллия с морином в щелочной среде.

Предел обнаружения бериллия с доверительной вероятностью $P=0,95$ составляет 0,05 мкг/дм^3 при объеме пробы 1000 см^3, диапазон измерений без разбавления пробы составляет 0,05—1 мкг/дм^3.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 24481. Объем пробы воды для двух параллельных определений массовой концентрации бериллия должен быть не менее 2000 см^3. Пробу воды консервируют добавлением 3 см^3 концентрированной азотной кислоты плотностью 1,40 г/см^3 (в расчете на 1000 см^3 пробы).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Флуориметр любой марки с первичным светофильтром, выделяющим линию спектра 366 нм (светофильтры СЭС-10, УФС-2 и др.), и вторичным светофильтром, обеспечивающим пропускание максимума флуоресценции при длине волны 595 нм (светофильтры ЖС-17 и др.).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20—200 г.

Электроплитка.

Термостат.

Сито с сеткой по ГОСТ 6613 диаметром ячеек 0,1 мм.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Воронки Бюхнера по ГОСТ 9147.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$, 2-го класса точности.

Насосы водоструйные лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Пипетки мерные с делениями по ГОСТ 29227, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, 2-го класса точности, исполнения 1, 2, 8.

Пробирки мерные П-2—10—0,1 ХС по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 50, 100, 500, 1000 $см^3$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$.

Мешалка магнитная.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Фильтры беззольные «белая лента» диаметром 5, 7 и 11 см.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Бериллий сернокислый по ТУ 6—09—2561.

Железо (трехлористое 6-водное) по ГОСТ 4147, ч. д. а.

Кальций хлористый шестиводный по ТУ 6—09—3834.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,40 $г/см^3$, ч. д. а.

Кислота аскорбиновая.

Кислота борная по ГОСТ 9656, ч. д. а.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,83 $г/см^3$, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 $г/см^3$, ч. д. а.

Метиловый оранжевый по ТУ 6—09—5171.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч. д. а.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, ч. д. а.

Силикагель технический КСК-Г по ГОСТ 3956.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Соль динатриевая этилендиамин-*N*, *N*, *N'*, *N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, ч. д. а.

Морин.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага универсальная индикаторная.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента 0,001 моль/дм³

Раствор готовят из фиксанала серной кислоты разбавлением в 100 раз.

3.2. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³

100 см³ концентрированной соляной кислоты приливают в 1 дм³ дистиллированной воды. Устанавливают концентрацию раствора и разбавляют дистиллированной водой до концентрации 1 моль/дм³.

3.3. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³

Раствор готовят десятикратным разбавлением раствора соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ или из фиксанала.

3.4. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 1 %

1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

3.5. Приготовление раствора перекиси водорода с массовой долей 5%

К 100 см³ дистиллированной воды приливают 20 см³ перекиси водорода с массовой долей 33%.

3.6. Приготовление раствора аммиака с массовой долей 5%

Раствор готовят разбавлением раствора аммиака с массовой долей 25% в пять раз дистиллированной водой.

3.7. Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 2 моль/дм³

80 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Концентрацию проверяют по раствору соляной кислоты (1 моль/дм³).

3.8. Приготовление рабочего раствора хлорного железа

24 г $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ растворяют в мерной колбе или измерительном цилиндре вместимостью 250 см³ в дистиллированной воде, подкисленной 10 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³); 1 см³ раствора содержит 20 мг Fe.

3.9. Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации эквивалента 0,4 моль/дм³

75 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Мутный раствор фильтруют.

3.10. Приготовление раствора хлористого кальция молярной концентрации эквивалента 5 моль/дм³

550 г $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 $дм^3$.

3.11. Приготовление раствора уксуснокислого натрия молярной концентрации 4 моль/$дм^3$

545 г $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 $дм^3$. Мутный раствор фильтруют.

3.12. Приготовление ацетатного буферного раствора (pH 6,0)

Смешивают 50 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия (4 моль/$дм^3$) и 60 $см^3$ раствора соляной кислоты (0,1 моль/$дм^3$).

3.13. Приготовление боратного буферного раствора (pH = 13,5)

28,6 г борной кислоты (H_3BO_3) и 96,0 г гидроокиси натрия растворяют последовательно в дистиллированной воде и доводят объем до 1 $дм^3$.

3.14. Приготовление комплексующего раствора

2,5 г лимонной кислоты и 5 г трилона Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$; растворяют примерно в 80 $см^3$ дистиллированной воды. Если трилон Б не растворяется, прибавляют по каплям раствор гидроокиси натрия (2 моль/$дм^3$) до растворения трилона Б, объем доводят до 100 $см^3$ дистиллированной водой.

3.15. Приготовление спиртового раствора морина с массовой долей 0,02%

0,020 г морина растворяют в 100 $см^3$ чистого этилового спирта; раствор хранят в темном месте. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

3.16. Приготовление силикагеля

Употребляемый для анализа силикагель КСК-Г должен иметь размер частиц 0,1—0,01 мм и не содержать железа.

Крупный силикагель размалывают и просеивают через сито 0,1 мм. Прошедший через сито силикагель помещают в стеклянный или полиэтиленовый сосуд достаточной высоты (стакан, цилиндр) и заливают водой до высоты 25 см от уровня поверхности силикагеля. Содержимое сосуда интенсивно взбалтывают и оставляют в покое. Через 20 мин взвесь декантируют и вновь заливают водой до высоты 25 см. Эту операцию повторяют до тех пор, пока сливаемая жидкость будет прозрачной (обычно бывает достаточно 3—4 сливаний). Оставшийся в сосуде силикагель будет иметь заданный размер зерен (0,1—0,01 мм). Затем силикагель очищают от железа обработкой горячим раствором соляной кислоты (1 моль/$дм^3$) в течение 10—20 мин (на 100 г силикагеля берут 300—400 $см^3$ кислоты). Отфильтровывают силикагель с помощью водоструйного насоса и проверяют фильтрат на содержание окисного железа. При наличии железа обработку силикагеля кислотой

повторяют до отрицательной реакции на железо (пользуются роданидным методом и др.).

Затем отмывают силикагель от соляной кислоты дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Промытый силикагель обрабатывают 5 мин при помешивании 300—400 $см^3$ ацетатного буфера (pH ~ 6,0). После отстаивания раствор декантируют и силикагель вновь обрабатывают разбавленным ацетатным буфером, отфильтровывают с помощью водоструйного насоса, промывают два раза дистиллированной водой по 200 $см^3$, снимая каждый раз силикагель с воронки в стакан с водой. Промытый силикагель хорошо отсасывают от раствора на воронке, переносят в фарфоровые чашки и высушивают в термостате при 105—110 °С.

3.17. Приготовление градуировочных растворов бериллия

Навеску 1,965 г сернокислого бериллия ($BeSO_4 \cdot 4\ H_2O$) растворяют в воде, содержащей 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты, и доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$. Получают основной градуировочный раствор массовой концентрации бериллия 100 мкг/$см^3$. Раствор хранится в склянке с пришлифованной пробкой. Срок хранения — до трех месяцев.

Рабочий градуировочный раствор массовой концентрации бериллия 0,1 мкг/$см^3$ готовят разбавлением в 1000 раз основного градуировочного раствора путем трехкратного разбавления [10 $см^3$ более концентрированного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором серной кислоты (0,001 моль/$дм^3$)]. Этот раствор готовят в день проведения анализа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Бериллий концентрируют и отделяют от мешающих компонентов путем соосаждения гидроокиси бериллия с гидроокисью железа, растворения осадка и последующей сорбции бериллия силикагелем из раствора, содержащего трилон Б и избыток ионов кальция при pH 5,7—6,0. При избытке ионов кальция бериллий замещается последним в соединении с трилоном Б и сорбируется силикагелем. В то же время трилон Б удерживает в растворе элементы, мешающие определению бериллия (хром, медь, алюминий и др.).

В стакан из термостойкого стекла вместимостью 1000 $см^3$ помещают 1000 $см^3$ консервированной подкислением при отборе пробы исследуемой воды, добавляют 4—5 капель раствора перекиси водорода с массовой долей 5 % и 1 $см^3$ раствора хлорного железа. (Если проба не консервировалась при отборе, в склянку с исследуемой водой приливают концентрированную азотную кислоту из

расчета 3 см³ на 1 дм³ анализируемой воды, тщательно перемешивают и после этого переносят пробу в термостойкий стакан и далее — по прописи методики.)

Нагревают раствор до 70—80 °С и при интенсивном перемешивании (с помощью магнитной мешалки) нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 5 %, до слабого запаха. Раствор должен иметь pH не выше 8 (проверка по универсальной индикаторной бумаге или потенциометрически, или по бумаге «рифан»).

Для получения плотного, хорошо фильтруемого осадка гидроокиси железа к раствору при помешивании прибавляют около 1,0 г силикагеля.

Дают осадку осесть. Осветленный раствор декантируют, отфильтровывают выпавшую гидроокись железа и силикагель через фильтр «белая лента» и промывают два-три раза подаммиаченной до pH 7—8 дистиллированной водой. Осадок гидроокиси железа и силикагеля смывают дистиллированной водой с неразвернутого фильтра в стакан вместимостью 100—150 см³ (объем раствора при этом должен составлять 25—40 см³), добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³) и нагревают раствор на плитке ($t \sim 60$ °С), не доводя раствор до кипения, до полного растворения гидроокиси железа. Затем силикагель отфильтровывают через тот же фильтр, промывают два-три раза соляной кислотой (1 моль/дм³). Отработанный силикагель может быть повторно использован после регенерации, которая проводится так же, как и очистка (см. п. 3.17).

К фильтрату прибавляют 5 см³ раствора трилона Б (0,4 моль/дм³), 2 см³ раствора хлористого кальция (5 моль/дм³) и нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 5 % до перехода зеленой окраски в желтую. Если прибавлен избыток аммиака (раствор становится розовым), подкисляют содержимое стакана раствором соляной кислоты (1 моль/дм³) до перехода розовой окраски в зеленую и вновь нейтрализуют аммиаком по каплям до появления желтой окраски.

Затем прибавляют 10 см³ ацетатного буфера, перемешивают в течение 1—2 мин. Отфильтровывают силикагель через фильтр «желтая лента» и повторяют сорбцию бериллия в фильтрате с новой порцией силикагеля (около 0,5 г).

Затем снова отфильтровывают силикагель через тот же фильтр, на котором находится первая порция силикагеля. Промывают силикагель три-четыре раза дистиллированной водой, смывают силикагель с неразвернутого на воронке фильтра небольшим количеством дистиллированной воды в стаканчик вместимостью 50 см³, прибавляют 1 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³) и нагревают на плитке 5—10 мин, не доводя раствор до кипения. Отфильтровывают раствор с силикагелем через тот же фильтр в градуиро-

ванную на 10 см³ пробирку вместимостью 15—20 см³, промывают стаканчик и силикагель на фильтре небольшим количеством дистиллированной воды, доводя объем до 10 см³. Если объем раствора превысил 10 см³, его переносят в стаканчик, где находился силикагель, упаривают до 5 см³ и переливают в градуированную пробирку, доводя объем до 10 см³. Прибавляют 0,5 см³ свежеприготовленного раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 1%, 0,5 см³ раствора гидроокиси натрия (2 моль/дм³), 1 см³ комплексующего раствора, 0,20 см³ спиртового раствора морина с массовой долей 0,02 % и 1 см³ боратного буферного раствора.

Флуоресценцию раствора измеряют через 5—10 мин, используя флуориметр. Яркость свечения развивается в течение 5—10 мин и затем медленно снижается. На протяжении первого часа она уменьшается на 5—10 %.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Для построения градуировочного графика готовят шкалу рабочих градуировочных растворов. Для этого в ряд стаканов вместимостью по 1000 см³ отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 см³ рабочего градуировочного раствора бериллия, что соответствует 0,00; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40 мкг бериллия.

В каждый стакан приливают 1000 см³ дистиллированной воды, 3 см³ концентрированной азотной кислоты и далее анализируют по приведенной методике.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание бериллия в мкг, по оси ординат — показания прибора. График должен иметь прямолинейный характер.

Холостые пробы могут обладать незначительной флуоресценцией, обусловленной чистотой реактивов.

Построение градуировочного графика проводят в день анализа проб.

5.2. Массовую концентрацию бериллия (X), мкг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 1000}{V},$$

где m — масса бериллия в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем воды, используемый для анализа, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30%.

5.3. Нормы погрешности измерений при соблюдении требований настоящего стандарта соответствуют требованиям ГОСТ 27384. В

диапазоне концентрации бериллия 0,05—0,1 мкг/дм³ норма точности составляет 80 %.

5.4. Значение систематической составляющей погрешности измерений должно быть не более $^1/_3$ нормы точности (см. п. 5.3).

5.5. Точность измерений контролируют путем анализа зашифрованных (в том числе стандартных проб), включенных 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 возможности ее применения для питьевого водоснабжения при содержании массовой концентрации бериллия на уровне ПДК=0,2 мкг/дм³ (ГОСТ 2874).

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

$$\Delta_r = \frac{c_1 - c_2}{c_1 + c_2} \cdot 100,$$

где c_1 — результат основного измерения;

c_2 — результат контрольного измерения.

Результат считают удовлетворительным, если фактическое значение Δ_r не превышает норму точности (см. п. 5.3).

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

$$\Delta_s = \frac{\bar{c} - c_0}{c_0} \cdot 100$$

при числе параллельных определений не менее 15,

где $\bar{c}$ — среднее значение измерений;

c_0 — аттестованное значение содержания бериллия.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством геологии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. К. Кирюхин, канд. хим. наук (руководитель темы); **И. Ю. Соколов**, канд. хим. наук; **Л. В. Феньева**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.03.89 № 520

3. Срок первой проверки — 1994 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 18294—81

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 2874—82	5.5	ГОСТ 9656—75	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 3652—69	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 3956—76	2	ГОСТ 24481—80	1
ГОСТ 4147—74	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 27384—87	5.3
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 29227—91	2
ГОСТ 4461—77	2	ТУ 6—09—2561—77	2
ГОСТ 5962—67	2	ТУ 6—09—3834—80	2
ГОСТ 6613—86	2	ТУ 6—09—5171—84	2

6. Ограничение срока действия снято по Протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 2874—82	Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством	3
ГОСТ 3351—74	Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности	11
ГОСТ 4011—72	Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа	20
ГОСТ 4151—72	Вода питьевая. Метод определения общей жесткости	29
ГОСТ 4152—89	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации мышьяка	35
ГОСТ 4192—82	Вода питьевая. Методы определения минеральных азотсодержащих веществ	43
ГОСТ 4245—72	Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов	50
ГОСТ 4388—72	Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди	57
ГОСТ 4389—72	Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов	67
ГОСТ 4974—72	Вода питьевая. Методы определения содержания марганца	76
ГОСТ 18164—72	Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка	84
ГОСТ 18165—89	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации алюминия	88
ГОСТ 18190—72	Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного активного хлора	95
ГОСТ 18293—72	Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра	103
ГОСТ 18294—89	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации бериллия	123
ГОСТ 18301—72	Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона	132
ГОСТ 18308—72	Вода питьевая. Метод определения содержания молибдена	137
ГОСТ 18309—72	Вода питьевая. Метод определения содержания полифосфатов	142
ГОСТ 18826—73	Вода питьевая. Методы определения содержания нитратов	148
ГОСТ 18963—73	Вода питьевая. Методы санитарно-бактериологического анализа	155
ГОСТ 19355—85	Вода питьевая. Методы определения полиакриламида	179
ГОСТ 19413—89	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации селена	190
ГОСТ 23950—88	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации стронция	196
ГОСТ 24481—80	Вода питьевая. Отбор проб	202
ГОСТ 24849—81	Вода питьевая. Полевые методы санитарно-микробиологического анализа	207

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Редактор *Л. В. Афанасенко*
Оформление художника *В. Г. Лапшина*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *В. И. Кануркина*

Сдано в наб. 04.08.94. Подп. в печ. 22.09.94. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага типографская. Печать высокая. Усл. п. л. 14,25. Усл. кр.-отт. 14,38. Уч.-изд. л. 13,65. Тираж 1907 экз. Зак. 1513. Изд. № 1534/2 С 1655

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru