



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
АЛЮМИНИЯ

ГОСТ 18165—89

Издание официальное

3 коп. БЗ 11—89/901



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

ВОДА ПИТЬЕВАЯ**Метод определения массовой концентрации
алюминия**Drinking water. Method for determination
of aluminium mass concentration**ГОСТ
18165—89**

ОКСТУ 9109

**Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения массовой концентрации алюминия (всех его форм: иона алюминия, толькой взвеси гидроксида, комплексных соединений) с алюминоном.

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном лак оранжево-красного цвета, представляющий собой комплексное соединение. Реакция осуществляется в слабокислом растворе при pH 4,50—4,65 в присутствии сульфата аммония в качестве стабилизатора окраски лака, которая фотометрируется при длине волны 525—540 нм.

Предел обнаружения алюминия с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет 0,02 мг/дм³ при объеме пробы 25 см³. Диапазон измеряемых концентраций 0,04—0,56 мг/дм³.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы отбирают по ГОСТ 24481.

1.2. Объем пробы воды для двух параллельных определений должен быть не менее 100 см³.

1.3. Пробу сразу консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты из расчета 3 см³ на 1000 см³ пробы и анализируют не ранее чем через 15—20 мин. Пробу хранят не более 3 сут.

1.4. В тех случаях, когда анализируется фторированная питьевая вода, пробу отбирают до введения фторирующего реагента.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр лабораторный или спектрофотометр, обеспечивающие измерение оптической плотности при длине волны $\lambda = 525-540$ нм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 и 500 г.

pH-метр любой модели.

Баня песчаная или электроплитка по ГОСТ 14919.

Колбы 2—50—2, 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—50 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4—1—1, 4—1—2, 5—1—1, 5—1—2, 6—1—5, 6—1—10, 6—1—25, 7—1—5, 7—1—10, 7—1—25 по ГОСТ 20292.

Цилиндры 2—100, 2—250 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329.

Алюминон (аммонийная соль ауриотрикарбоновой кислоты) по ТУ 6—09—5205.

Аммоний серно-кислый по ГОСТ 3769.

Натрий уксусно-кислый, 3-водный кристаллический по ГОСТ 199.

Натрий серноватисто-кислый (тросульфат) по ГОСТ 27068.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Кислота аскорбиновая по ТУ 64—5—95.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (плотность 1,19 г/см³).

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний надсерноокислый (персульфат) по ГОСТ 20478.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Для проведения анализа применяют реактивы не ниже квалификации «чистый для анализа» (ч.д.а.).

Допускается использование импортных посуды и приборов с метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не ниже указанных в стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,1 мг/см³

Растворяют 1,758 г двенадцативодных алюмокалиевых квасцов в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в 400—500 см³ дистиллированной воды с добавлением 3 см³ концентрированной соляной кислоты, доводя раствор до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке с хорошо пригнанной пробкой не более 3 мес.

3.2. Приготовление рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия $0,01 \text{ мг/см}^3$

Раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 раз. $10,0 \text{ см}^3$ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки подкисленной дистиллированной водой (3 см^3 концентрированной соляной кислоты на 1000 см^3 дистиллированной воды). Раствор устойчив неделю.

3.3. Приготовление концентрированного ацетатного буферного раствора ($\text{pH} = 4,9 \pm 0,1$)

400 г трехводного уксусно-кислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют его при небольшом нагревании в $400\text{—}500 \text{ см}^3$ дистиллированной воды. Охлаждают раствор, приливают 155 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; pH раствора контролируют потенциметрически и, при необходимости, доводят pH до 4,9, прибавляя небольшими порциями раствор гидроксида натрия или уксусной кислоты. При хранении в холодильнике буферный раствор устойчив не более 3 мес.

3.4. Приготовление разбавленного ацетатного буферного раствора ($\text{pH} = 4,9 \pm 0,1$)

Концентрированный буферный раствор разбавляют в 10 раз дистиллированной водой. pH раствора контролируют потенциметрически. При необходимости доводят pH до 4,9, прибавляя небольшими порциями раствор гидроксида натрия. Раствор устойчив в течение 1 мес при хранении в холодильнике.

3.5. Приготовление раствора гидроксида натрия

40 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде, не содержащей углекислоты, и объем доводят до 100 см^3 . Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

3.6. Приготовление раствора алюминона

$0,500 \text{ г}$ алюминона растворяют в 125 см^3 нагретой до кипения дистиллированной воды, раствор охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 125 см^3 разбавленного ацетатного буферного раствора. Раствор алюминона готов к использованию сразу. В темной герметично закрытой склянке он устойчив при хранении в холодильнике не более 3 мес.

3.7. Приготовление раствора сульфата аммония

$50,0 \text{ г}$ сульфата аммония растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

3.8. Приготовление реакционной смеси

Смешивают в соотношении 1 : 2 : 22 объемные части растворов сульфата аммония, алюминона и разбавленного ацетатного буферного раствора. Раствор в темной герметично закрытой склянке устойчив не менее 1 мес. В день анализа в необходимом объеме реакционной смеси растворяют аскорбиновую кислоту по 30 мг на каждые 25 см³ смеси.

Пример. На общий объем смеси 250 см³, необходимый на 10 определений алюминия, берут 10 см³ раствора сульфата аммония, 20 см³ раствора алюминона, 220 см³ разбавленного буферного раствора и 300 мг аскорбиновой кислоты.

3.9. Приготовление раствора серноватисто-кислого натрия, 0,01 моль/дм³

Раствор готовят из фиксаля с последующим разбавлением раствора в 10 раз дистиллированной водой.

3.10. Приготовление раствора надсернокислого аммония

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа из расчета 5,0 г соли на 10 см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли.

3.11. Построение градуировочного графика

В мерные колбы или колбы конические вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,7; 1,0 и 1,4 см³ рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0 и 14,0 мкг алюминия или в расчете на 25 см³ анализируемой пробы 0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,28; 0,40 и 0,56 мг/дм³ алюминия, добавляют соответственно 25,0; 24,9; 24,8; 24,6; 24,3; 24,0 и 23,6 см³ подкисленной дистиллированной воды (3 см³ соляной кислоты на 1000 см³ дистиллированной воды), перемешивают и приливают по 25,0 см³ реакционной смеси. Перемешивают и через 25—30 мин измеряют оптическую плотность растворов при 540 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 30 мм относительно нулевого раствора. Определение повторяют еще два-три раза и вычисляют среднее значение оптических плотностей для каждого раствора. По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации алюминия в мг/дм³ или рассчитывают уравнение регрессии.

График следует проверять по трем-четырем точкам еженедельно и строить заново при использовании новой партии алюминона.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Мешающее влияние железа (III), образующего аналогично окрашенное соединение, устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой. При этом устраняется также влияние остаточного хлора при концентрации его до 0,5 мг/дм³.

При наличии в воде остаточного хлора более $0,5 \text{ мг/дм}^3$ его влияние устраняется добавлением эквивалентного количества раствора серноватисто-кислого натрия.

4.2. В пробе воды, содержащей фториды (фосфаты и полифосфаты) в концентрациях не более $0,3 \text{ мг/дм}^3$ и $0,2 \text{ мг/дм}^3$ соответственно, а также не содержащей органических веществ (фульвокислот, аминополикарбоновых кислот), связывающих алюминий в прочные комплексы, алюминий определяется непосредственно. Для этого в мерную колбу или коническую колбу вместимостью 50 см^3 помещают $25,0 \text{ см}^3$ предварительно законсервированной пробы воды (если массовая концентрация алюминия больше предельно допустимой, равной $0,5 \text{ мг/дм}^3$, то на анализ берут $10,0$ или $5,0 \text{ см}^3$, разбавляя пробу до 25 см^3 подкисленной дистиллированной водой, приготовленной, как указано в п. 3.11). Приливают $25,0 \text{ см}^3$ реакционной смеси и раствор перемешивают. В случае отсутствия реакционной смеси к $25,0 \text{ см}^3$ пробы приливают 1 см^3 сульфата аммония, добавляют 30 мг аскорбиновой кислоты, раствор перемешивают и приливают 2 см^3 раствора алюминона. Раствор снова тщательно перемешивают и доводят до метки разбавленным ацетатным буферным раствором.

Одновременно готовят нулевой раствор (см. п. 3.11) и далее измеряют оптическую плотность, как при построении градуировочного графика.

4.3. При содержании фторидов более $0,3 \text{ мг/дм}^3$, фосфатов и полифосфатов более $0,2 \text{ мг/дм}^3$, а также при наличии органических веществ для устранения их мешающего влияния, пробу воды предварительно обрабатывают надсернистым аммонием. Для этого $25,0 \text{ см}^3$ (или меньше) пробы помещают в термостойкий стакан вместимостью 50 см^3 , приливают $0,5 \text{ см}^3$ свежеприготовленного раствора надсернистого аммония и выпаривают пробу до белых густых паров серной кислоты (почти досуха). Стакан охлаждают, обливают стенки небольшим количеством дистиллированной воды и выпаривание повторяют. К влажному остатку после охлаждения порциями приливают 25 см^3 подкисленной дистиллированной воды, приготовленной, как указано в п. 3.11. Раствор каждый раз перемешивают и переносят в мерную колбу или коническую колбу вместимостью 50 см^3 . Нейтрализуют избыточную кислотность раствором гидроксида натрия до $\text{pH} \sim 2$ (обычно требуется 1—2 капли раствора гидроксида) и добавляют затем $25,0 \text{ см}^3$ реакционной смеси. Измеряют оптическую плотность раствора, как описано выше, и из полученного результата вычитают оптическую плотность холостой пробы. Холостую пробу получают, обрабатывая аналогично надсернистым аммонием $25,0 \text{ см}^3$ подкисленной дистиллированной воды.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По градуировочному графику или по уравнению регрессии находят (непосредственно или с учетом разбавления, если анализировалась проба объемом менее 25,0 см³) массовую концентрацию алюминия в воде в мг/дм³. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

5.2. Погрешность определения, выраженная через относительное среднее квадратическое отклонение, при концентрации алюминия 0,15—0,1 мг/дм³ и менее составляет не более 25%; при концентрации 0,2 мг/дм³ и более погрешность определения не выше 10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

5.3. Относительное расхождение между результатами анализа параллельных проб (Δ_r) в процентах вычисляют по формуле

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

где C_1 — больший результат из двух параллельных определений, мг/дм³;

C_2 — меньший результат из двух параллельных определений, мг/дм³.

Результат считают удовлетворительным, если Δ_r не превышает допустимых значений относительного расхождения, равных с доверительной вероятностью $P=0,95$ 70% ($2,77 \cdot 25\%$) при концентрации алюминия менее 0,15—0,1 мг/дм³ и не выше 28% ($2,77 \cdot 10\%$) при концентрации 0,2 мг/дм³ и более ($2,77$ — значение студентизированного размаха при $P=0,95$ и числе параллельных определений 2).

5.4. Систематическую составляющую погрешности (Δ_s) в процентах контролируют путем анализа проб с известной концентрацией алюминия и вычисляют по формуле

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

где \bar{c} — среднее арифметическое значение найденных концентраций алюминия, мг/дм³.

c_0 — действительная концентрация алюминия, мг/дм³.

5.5. Значение систематической составляющей погрешности должно быть не более 0,3 допустимых значений относительного расхождения результатов анализа параллельных проб.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством жилищно-коммунального хозяйства РСФСР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Серякова, канд. хим. наук (руководитель темы);
С. С. Солдатова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.11.89 № 3475

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

4. ВЗАМЕН ГОСТ 18165—81

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГССТ 3789—78	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4329—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 20478—75	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 25336—82	2
ГССТ 27068—86	2
ТУ 6—09—5205—85	2
ТУ 64—5—96—84	2

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 11.12.89 Подп. в печ. 23.01.90 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,47 уч.-изд. л.
Тир. 16 000 Цена 3 к.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1353