

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания урана

Drinking water.
Method for determination of uranium content

**ГОСТ
18921-73**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров ССР от 22 июня 1973 г. № 1543 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен

до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения содержания урана (естественного и 238).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Метод основан на реакции взаимодействия арсеназо III с четырехвалентным ураном с образованием раствора фиолетовой окраски. Чувствительность метода без предварительного концентрирования урана с осадком роданида кристаллиолета — 0,04 мг/л, с предварительным концентрированием — 0,008 мг/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания урана должен быть не менее 500 мл.
- 1.3. Для предупреждения соосаждения радиоизотопов на стенах стаканов проба воды подкисляется азотной кислотой до кислой реакции по метилоранжу.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

- 2.1. Для проведения испытания используют следующие аппаратуру, реактивы и растворы:
 - фотоэлектролориметр ФЭК-Н-57 или ФЭК-М;
 - печь муфельную до 900° С, с терморегулятором;
 - весы лабораторные равноплечие с оптическим отсчетом по ГОСТ 24104—80;
 - плитку электрическую по ГОСТ 14919—83;
 - экспандатор по ГОСТ 25336—82;
 - шкаф сушильный лабораторный;
 - щипцы тигельные;
 - посуду стеклянную химико-лабораторную вместимостью: стаканы химические 100, 500, 1000 мл; колбы мерные 50, 100 мл;
 - цилиндры мерные 50, 100 мл, пипетки мерные 1, 2, 5, 10 мл;
 - стекла часовые;
 - палочки стеклянные;
 - воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;
 - бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76;
 - кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
 - гидроксилиамин солянокислый по ГОСТ 5456—79;
 - кислоту хлорноватую;
 - арсеназо III;
 - кислоту аскорбиновую;
 - перекись водорода по ГОСТ 177—77;
 - кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;
 - кислоту шавелевую;
 - цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75;
 - уранил азотнокислый;

этилендиамин- N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73; метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64; аммиак водный по ГОСТ 3760—79; аммоний роданистый; кристаллвиолет; бумагу индикаторную универсальную; воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.
Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого уранила.

0,211 г азотнокислого уранила растворяют в небольшом количестве воды, подкисленной азотной кислотой, в мерной колбе вместимостью 1 л.

1 мл раствора содержит 10⁻⁴ г урана.

3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого уранила.

Раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 и 100 раз 4 н. раствором соляной кислоты. 1 мл этого раствора содержит соответственно 0,01 и 0,001 мг.

3.3. Приготовление раствора для промывки.

8 мл соляной кислоты (1:1), 4 мл 40%-ного раствора роданида аммония, 5 мл 1%-ного кристаллвиолета доводят до 1 л дистиллированной водой.

3.4. Приготовление 4%-ного раствора щавелевой кислоты.

4 г щавелевой кислоты растворяют в 96 мл дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 0,05%-ного раствора арсеназо III.

0,05 г арсеназо III растворяют в 99,95 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 4 н. раствора соляной кислоты.

322 мл концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) доводят до 1 л дистиллированной водой.

3.7. Приготовление 5%-ного раствора трилона Б

5 г трилона Б растворяют в 95 мл дистиллированной воды.

3.8. Приготовление 40%-ного раствора роданида аммония

40 г роданида аммония растворяют в 60 мл дистиллированной воды.

3.9. Приготовление 1%-ного раствора кристаллвиолета

1 г кристаллвиолета растворяют в 99 мл дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Определению урана мешают торий, цирконий, титан и редкоземельные элементы. Отношение урана к титану не должно превышать 1:10, к редкоземельным элементам 1:35 и 1:65 соответственно для иттриевой и цериевой группы, к лантану 1:65. Влияние циркония (до 5000 мг/л) устраняется введением в анализируемую пробу щавелевой кислоты. Если в анализируемой пробе присутствует торий в количествах, соизмеримых с ураном, пробу анализируют по видоизмененной схеме, описанной в п. 4.1.3. Для устранения других мешающих определению урана элементов пробу анализируют с предварительным отделением урана от примесей с осадком роданида-кристаллиолита.

4.1. Определение урана без отделения его от сопутствующих примесей

4.1.1. Данный способ определения урана применим к воде с небольшим солевым составом. В химический стакан отмеряют 5—100 мл профильтрованной анализируемой пробы (в зависимости от предполагаемого содержания урана) и упаривают досуха. Остаток солей растворяют в 3,5 мл концентрированной соляной кислоты и после растворения доводят объем дистиллированной водой до 10 мл. После охлаждения к раствору прибавляют 1 мл аскорбиновой кислоты, 5—6 гранул металлического цинка (предварительно обработанного соляной кислотой). Затем помещают стакан на 9—10 мин в холодную воду, время от времени перемешивают раствор, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл и промывают стакан с цинком 4 н. раствором соляной кислоты, присоединяя эту кислоту к раствору в мерной колбе. Затем в колбу добавляют 2 мл 4%-ного раствора щавелевой кислоты (для устранения влияния циркония), 2 мл 0,05%-ного водного раствора арсеназо III и доводят объем до 50 мл 4 н. раствором соляной кислоты.

Раствор тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность его на электрофотоколориметре с красным светофильтром в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 или 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор арсеназо III в 4 н. растворе соляной кислоты. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 мл, содержащую 20 мл 4 н. раствора соляной кислоты, добавляют 2 мл 4%-ной щавелевой кислоты, 2 мл 0,05%-ного раствора арсеназо III и доводят объем до метки 4 н. раствором соляной кислоты. Содержание урана в анализируемой пробе определяют по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой в восемь градуированных химических стаканов вносят соответственно 0; 4; 8; 12; 16; 20; 24; 30 мкг урана, доводят объем до 10 мл 4 н. раствором соляной кислоты, добавляют 1 мл аскорбиновой кислоты, 5—6 гранул металлического цинка и оставляют на 9—10 мин (при охлаждении).

Далее поступают, как описано выше при определении урана.

4.1.2. Устранение влияния органических примесей

Если в анализируемой пробе воды присутствуют органические вещества, поступают следующим образом. Аликовтную часть анализируемой пробы упаривают до влажных солей, которые обрабатывают смесью трех кислот (HNO_3 — 10 мл и по 3 мл HCl и HClO_3), накрывают часовым стеклом и нагревают до просветления раствора. Затем снимают часовые стекла и упаривают досуха. Остаток растворяют в 3,5 мл концентрированной соляной кислоты и далее поступают, как изложено в п. 4.1.1.

4.1.3. Устранение влияния тория и циркония

Если в анализируемой пробе присутствует торий в соизмеримых с ураном количествах, поступают следующим образом. Отбирают две равные аликовтные части, в одной из которых определяют уран, как описано в п. 4.1.1. Вторая аликовтная часть служит для приготовления раствора сравнения. Вторую аликовтную часть обрабатывают так же, как и первую, но операцию восстановления урана цинком не приводят (цинк к пробе не добавляют):

Поскольку 6-валентный уран в 4 н. растворе соляной кислоты тоже дает цветную реакцию, хотя и значительно менее чувствительную, полученные в этом случае результаты будут занижены на 10—15 %. Влияние циркония (до 5000 мг/л) устраняется введением в пробы, перед добавлением арсеназо III, 2 мл 4%-ной щавелевой кислоты. В этом случае такое же количество щавелевой кислоты добавляют при построении калибровочной кривой.

4.1.4. Устранение влияния титана

Титан не дает заметной цветной реакции с арсеназо III, но вызывает некоторое занижение результатов определения урана. При весовом соотношении $\text{U} : \text{Ti} = 1 : 9$ ошибка определения составляет 5 %. При анализе проб, содержащих титан, необходимо иметь в виду, что металлический цинк восстанавливает титан до трехвалентного состояния: последний, являясь сильным восстановителем, тоже разрушает арсеназо III. Поэтому после обработки раствора цинком титан следует окислить солянокислым гидроксиламином.

4.2. Определение урана с предварительным отделением его от примесей с осадком роданида кристалловиолета

4.2.1. В зависимости от предполагаемого содержания урана отмеряют 50—500 мл анализируемой пробы в коническую колбу вместимостью 100—1000 мл. Если взятая пробы не превышает 200 мл, то прибавляют 20 мл 5%-ного раствора трилона Б *, 5 мл 40%-ного раствора роданида аммония, доводят объем до 250 мл дистиллированной водой (предварительно наносят метку на кол-

* Если в пробе присутствуют большие количества железа, то количество трилона Б следует соответственно увеличить.

бе), нейтрализуют раствор аммиаком по универсальной индикаторной бумаге до pH 5 и прибавляют 2,5 мл соляной кислоты (1 : 1). Раствор перемешивают, энергично взбалтывая, а затем по каплям приливают 25 мл 1%-ного раствора кристаллвиолета. Если взятая проба превышает 200 мл, то все реактивы отмеряются в удвоенном количестве и в том же порядке.

После прибавления всех указанных реактивов объем доводят дистиллированной водой до 500 мл.

Через 1 ч выпавший осадок отфильтровывают через беззольный фильтр «белая лента» диаметром 9—15 мм, и промывают 5 раз промывным раствором. После пятикратного промывания осадок с фильтром подсушивают, переносят в фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 600°С в течение 1 ч. Прокаленный осадок после охлаждения растворяют при нагревании в 4—5 мл 4 н. раствора соляной кислоты и количественно переносят в химический стакан вместимостью 50 мл. Если осадок полностью не растворяется, то его отфильтровывают и промывают 4 н. раствором соляной кислоты, собирая фильтрат и промывной раствор в химический стакан. Общий объем фильтрата и промывного раствора не должен превышать 12 мл. После этого к фильтрату прибавляют 1 мг аскорбиновой кислоты, 5—6 гранул металлического цинка и далее поступают так, как описано в п. 4.1.1.

Для построения калибровочной кривой готовят растворы с содержанием 0; 4; 8; 12; 16; 18; 22; 26; 30 мкг урана в 100—180 мл воды. С этими растворами выполняют те же операции, что и с анализируемой аликвотной частью, а именно: к каждой пробе стандартного раствора прибавляют по 20 мл 5%-ного раствора трилон-Б, 5 мл 40%-ного раствора роданида аммония, доводят объем до 250 мл дистиллированной водой, нейтрализуют раствор аммиаком по универсальной индикаторной бумаге до pH 5 и прибавляют 2,5 мл соляной кислоты 1 : 1. Раствор перемешивают и при энергичном взбалтывании по каплям приливают 25 мл 1%-ного раствора кристаллвиолета и далее поступают, как описано в п. 4.1.1.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание урана (C) в мг/л определяют по формуле

$$C = \frac{C_1}{V},$$

где C_1 — содержание урана, найденное по калибровочной кривой, мкг;

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

Точность определения $\pm 10\%$.