



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Метод определения массовой концентрации бора

СТ РК 1016-2000

Издание официальное

**Комитет по стандартизации, метрологии и сертификации
Министерства энергетики, индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН учреждением "Центральная лаборатория по экологическим гидрохимическим и инженерно-геологическим исследованиям ЭКОГИДРОХИМГЕО»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства энергетики, промышленности и торговли Республики Казахстан от 15 ноября 2000г. № 80

**3 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2006 год
5 лет**

4 ВВЕДЕН ВЗАМЕН инструкции НСАМ №279-Г (протокол №51 от 05.05.87).

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства промышленности и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА**Метод определения массовой концентрации бора**

Дата введения 2001-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую, природную, сточную воду и устанавливает спектрофотометрический метод определения массовой концентрации бора с реактивом АЩ - резорцин.

Метод основан на реакции образования окрашенного в розовый цвет комплексного соединения борной кислоты с АЩ - резорцином в уксуснокислой среде ($\text{pH}=5,3-5,8$). Метод предназначен для определения бора в водных средах с минерализацией не более $8,0 \text{ г/дм}^3$ при содержании бора $0,01-140 \text{ мг/дм}^3$.

Не мешают определению бора при содержании в аликвотной части анализируемой пробы натрия - не более 200 мг, калия - не более 65 мг, магния - не более 50 мг, кальция - не более 50 мг, хлора - не более 100 мг, фтора - не более 40 мг, сульфат-иона - не более 200 мг, карбонат-иона - не более 20 мг, гидрокарбонат-иона - не более 10 мг, нитрит-иона - не более 0,05 мг, нитрат-иона - не более 100 мг, алюминия - не более 2 мг, железа (3+) - не более 0,15 мг, меди (2+) - не более 0,45 мг, титана (4+) - не более 0,001 мг, цинка - не более 2,5 мг, свинца - не более 2,5 мг.

Нижний предел обнаружения бора составляет $0,006 \text{ мг/дм}^3$. Метод может быть использован для целей сертификации, арбитражных и контрольных анализов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 ССТБ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

ГОСТ 12.1.007-76 ССТБ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности;

ГОСТ 61-75 Кислота уксусная. Технические условия;

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы. Технические условия;

СТ РК 1016-2000

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия;
ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия;
ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная;
ГОСТ 9656-75 Реактивы. Кислота борная;
ГОСТ 10652-73 Соль динатриевая этилендиамин - N.N.N'¹-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия;
ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия;
ГОСТ 24481-80 Вода питьевая. Отбор проб;
ГОСТ 27384-87 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств;
ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой;
ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

3 Приборы, реактивы

- 3.1 Спектрофотометр любой модели, основная погрешность измерений не более 1 % абс.
- 3.2 Весы лабораторные аналитические, класс точности 2 (ГОСТ 24104).
- 3.3 pH-метр любой модели (погрешность измерения не более 0,1 pH).
- 3.4 Колбы мерные 2 класса точности (ГОСТ 1770).
- 3.5 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности (ГОСТ 29169).
- 3.6 Пипетки градуированные 2 класса точности (ГОСТ 29227).
- 3.7 Цилиндры мерные (ГОСТ 1770).
- 3.8 Соляная кислота (ГОСТ 3118), ч. д.а. или х.ч.
- 3.9 Борная кислота (ГОСТ 9656) ч.д.а. или х.ч.
- 3.10 Уксусная кислота (ГОСТ 61) ч.д.а. или х.ч.
- 3.11 Натрия гидроокись (ГОСТ 4328) ч.д.а. или х.ч.
- 3.12 Динатриевая соль этилендиамин-N.N.N.¹N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 ч.д.а, или х.ч.
- 3.13 Динатриевая соль 2,4-диоксибензол-(1-азо-1¹) -8¹-оксинафталин -3¹-6¹ -дисульфокислоты (АШ-резорцин) по действующей нормативной документации.
- 3.14 п-Нитрофенол по действующей нормативной документации.
- 3.15 Вода дистиллированная (ГОСТ 6709).

4 Требования безопасности

При анализе проб воды следует соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.1.007-76

5 Отбор и хранение проб

Пробы отбирают в бутылки из стекла, не содержащего бор, или в емкость из полиэтилена по: -ГОСТ 24481;

- МУ № 1Г/1, № 1Г/2, № 1Г/3;

- инструкции по отбору поверхностных и сточных вод на химический анализ Министерства экологии и биоресурсов,

Объем пробы воды для определения содержания бора должен быть не менее 100 см³. Пробы воды не консервируют.

6 Подготовка к анализу

6.1 Соляная кислота 1:19.

К 950 см³ дистиллированной воды добавляют 50 см³ концентрированной соляной кислоты ($\rho = 1,18$) и перемешивают.

6.2 Натрия гидроксид, 2 % раствор.

2,00 грамма гидроксида натрия растворяют в 98 см³ дистиллированной воды.

6.3 Трилон Б, 10% раствор.

10,00 грамм трилона Б растворяют в 90 см³ дистиллированной воды. После этого раствор нейтрализуют 2% раствором гидроксида натрия до $\text{pH} = 5,6$ по индикатору п-Нитрофенол до появления желтой окраски, которую затем снимают добавлением соляной кислоты. Готовится перед проведением анализа.

6.4 п-Нитрофенол 0,1% раствор.

0,10 грамм п-Нитрофенола растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор устойчив три месяца.

6.5 АШ-резорцин, 0,05% раствор.

0,050 грамм АШ-резорцина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 30-50 см³ воды, перемешивают до растворения соли, затем доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в темном месте, готовят в количестве достаточном на 3-4 рабочих дня.

6.6 Ацетатный буферный раствор с $\text{pH} = (5,7 \pm 0,1)$ pH

72,00 грамма гидроксида натрия растворяют в 500 см³ воды. После охлаждения раствора прибавляют 115,7 см³ концентрированной уксусной кислоты ($\rho = 1,050$) разбавляют водой до 1000 см³, тщательно перемешивают. Величину pH контролируют на pH-метре.

6.7 Приготовление градуировочных растворов бора.

Основной градуировочный раствор, содержащий 100 мг бора в 1 дм³.

0,286 г. перекристаллизованной борной кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см³. Раствор устойчив в течение трех месяцев при хранении в полиэтиленовой или кварцевой емкости.

Рабочий раствор, содержащий 10 мг бора в 1 дм³ раствора.

СТ РК 1016-2000

10 см³ основного градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, тщательно перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

6.8 Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0,2; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ рабочего градуировочного раствора, содержащего 10 мг бора в 1 дм³, что соответствует 0,002; 0,005; 0,008; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 и 0,030 мг бора. Прибавляют в колбы дистиллированную воду до объёма 25 см³, две капли 0,1% раствора п-Нитрофенола, добавляют гидроксид натрия до появления желтой окраски индикатора, которую затем снимают добавлением раствора соляной кислоты, прибавляют 2 см³ 10% раствора трилона Б, 5 см³ ацетатного буферного раствора (рН=5,6-5,8), 5 см³ 0,05% раствора АШ-резорцина, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Доливают водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют в тёмном месте до следующего дня.

Для приготовления холостой пробы в мерную колбу вместимостью 50 см³, помещают 25 см³ дистиллированной воды, прибавляют две капли 0,1% раствора п-Нитрофенола, добавляют гидроксид натрия до появления желтой окраски индикатора, которую затем снимают добавлением соляной кислоты и далее как при приготовлении градуировочных растворов.

На следующий день (через 17-20 час.) измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к холостому раствору. По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание бора в мг, а по оси ординат - величину оптической плотности. Окраска шкалы устойчива 20 часов. Градуировочный график следует строить заново при использовании

новой партии ацетатного буферного раствора, АШ - резорцина и других реактивов.

7 Проведение анализа

Аликвотную часть анализируемой воды 1-25 см³, содержащую не более 0,03 мг бора (оптимально 0,005-0,02 мг), отбирают пипеткой с одной отметкой и помещают в мерную колбу на 50 см³. Если взято менее 25 см³, доливают водой приблизительно до 25 см³. Прибавляют две капли 0,1% раствора п-Нитрофенола и нейтрализуют соляной кислотой (1: 19) до обесцвечивания жёлтого раствора (в случае кислых вод сначала добавляют гидроксид натрия до появления жёлтой окраски индикатора, которую затем снимают добавлением раствора соляной кислоты). Прибавляют 2 см³ 10% раствора трилона Б (при содержании кальция и магния более 20 мг в аликвотной части анализируемой пробы воды, прибавляют 5 см³ 10% раствора трилона Б), 5 см³ ацетатного буферного раствора (рН=5,6-5,8), 5 см³

0.05% раствора АП-резорцина, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Доливают водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют в тёмном месте до следующего дня.

На следующий день (через 17-20 час.) измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к холостому раствору. Содержание бора находят по градуировочному графику.

8 Обработка результатов анализа

Содержание бора в мг/дм³ вычисляют по формуле:

$$C = A/V$$

где А - количество бора в аликвотной части, найденное по градуировочному графику, мг/дм³;

V - объём аликвотной части анализируемой пробы воды, дм³.

9 Нормативы контроля измерений

9.1 Методика выполнения измерений обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей норм погрешности по ГОСТ 27384.

9.2 Нормативы контроля измерений в процентах при доверительной вероятности Р= 0,95 и числе измерений n = 2 представлены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазоны измеряемой концентрации бора, мг/дм ³	Сходимости d	Воспроизводимости D
0.01-0,09	42	60
0,1-0,49	28	40
0,5-7,9	14	20
8.0-140	9	13

9.3 За результат определения принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значения норматива сходимости d.

9.4 Контроль точности измерений проводят в соответствии с приложением А.

9.5 Результаты измерений округляют до двух значащих цифр при содержании бора 0,1 мг/дм³ и более и одной значащей цифры – при содержании менее 0.1 мг/дм³

Приложение А (рекомендуемое)

Алгоритм проведения контроля качества результатов измерений

А.1 Контроль воспроизводимости осуществляют путем сравнения результатов контрольных испытаний одной и той же пробы, выполненных по методу настоящего стандарта разными исполнителями с использованием реактивов разных партий, в разное время. Результат контроля считают удовлетворительным при условии:

$$(X_1 - X_2) \leq \frac{D}{100} * \frac{(X_1 + X_2)}{2}$$

где X_1, X_2 - результаты анализа пробы, полученные разными исполнителями, мг/дм³;

D - норматив контроля воспроизводимости.

А.2 Для контроля точности результатов определений используют стандартный образец состава природной воды или аттестованную смесь. Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X - C| \leq \frac{D}{100} * C$$

где X - результат анализа стандартного образца или аттестованной смеси, мг/дм³;

C - аттестованное значение компонента, мг/дм³;

D - норматив контроля воспроизводимости, приведенный в таблице. При контроле погрешности методом добавок отобранный объем пробы делят на две равные части. Одну часть анализируют в соответствии с методом настоящего стандарта и получают результат X. Во вторую часть вносят добавку C, используя государственные стандартные образцы состава растворов бора и получают результат анализа пробы с добавкой Y. Величина добавки должна составлять 30-100% от обнаруженного содержания X. Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|Y - X - C| \leq \frac{D}{100} * X$$

где X - результат анализа пробы, мг/дм³;

Y - результат анализа пробы с добавкой, мг/дм³;

C - добавка определяемого компонента, мг/дм³;

D - норматив контроля воспроизводимости, приведенный в таблице.

Если условия не выполняются, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Приложение Б
(информационное)

Библиография

1 СТ РК 1.5-95 ГСС. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

2 СТ РК 1.2-98 ГСС. Порядок разработки государственных стандартов.

3 МУ № 1171, № 1Г/2, № 1Г/3-94, Алматы, 1994; МУ №1Г/1 "Качество воды. Отбор проб. Отбор, хранение, обработка водных проб. /включая подземные: питьевые, минеральные и поверхностные воды/ природных объектов и атмосферных осадков," Министерства геологии и охраны недр Республики Казахстан, Алматы, 1995 г.

4 Инструкция по отбору поверхностных и сточных вод на химический анализ Министерства экологии и биоресурсов, Алматы, 1994 г.

Приложение В
(обязательное)

Проект СТ РК "Метод определения массовой концентрации бора" разработан Учреждением "Центральная лаборатория по экологическим гидрохимическим и инженерно-геологическим исследованиям "Экогидрохимгео"

Директор Учреждения
"Центральная лаборатория по экологическим
и инженерно-геологическим исследованиям
"Экогидрохимгео"

СЮ. Литвиненко

Исполнители:

методист Л.Н. Терземан
инженер Н.Л. Федорова

Согласовано:
Главный врач Казахской Республиканской
санитарно-эпидемиологической станции
письмо № 41-2/32-15534 от 27.07.1999г.

М. Б. Спатаев

УДК 63.6:543.3.006.354

Группа Н 09

Ключевые слова: метод определения, бор, вода, спектрофотометр, АЩ-резорцин

**ИНФОРМАЦИЯ О ПРОДЛЕНИИ СРОКА ДЕЙСТВИЯ
ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТОВ**

Обозначение	Наименование	Номер и дата приказа	Срок действия
СТ РК 1016-2000	Вода. Метод определения массовой концентрации бора	№ 142-ОД от 6 марта 2008 года	до 01.01.2013 г.

(САС № 2 2008 ж.)