

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

**Метод определения массовой
концентрации алюминия**

Drinking water.
Method of determination of
aluminium mass concentration

**ГОСТ
18165—81**

Взамен
ГОСТ 18165—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1981 г. № 2165 срок действия установлен

с 01.07.82

до 01.07.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения массовой концентрации алюминия с реагентом алюминон.

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном оранжево-красное труднорастворимое комплексное соединение. Реакция осуществляется при рН 4,5 в присутствии сульфата аммония.

Чувствительность метода составляет 0,05 мг/дм³ алюминия при объеме пробы 25 мл.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481—80.
- 1.2. Объем пробы воды для определения алюминия должен быть не менее 100 мл.
- 1.3. Анализ проводят не позднее чем через 2 ч после отбора пробы. Если анализ проводят позже, пробу консервируют добавлением 3 мл концентрированной соляной кислоты на 1 л воды. Срок хранения консервированной пробы 3 сут.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

- 2.1. Для проведения анализа используют следующие аппаратуру, материалы и реагенты:
 - фотоэлектролориметр любой модели;
 - кюветы с толщиной слоя 30 мм;
 - весы аналитические лабораторные по ГОСТ 24104—80, класс точности 1,2;
 - колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100, 250 и 1000 мл;
 - пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 мл;
 - чашки кварцевые по ГОСТ 19908—80, В/Н 100/71;
 - стаканы кварцевые по ГОСТ 19908—80, В/Н 100/40;
 - колба типа П-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336—82;
 - цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 и 50 мл;
 - квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77, ч. д. а. или х. ч.;
 - квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238—77, ч. д. а. или х. ч.;
 - алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты) по ГОСТ 9859—74, ч. д. а.;
 - аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, ч. д. а. или х. ч.;
 - натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;
 - натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, ч. д. а.;
 - натрий серноватистокислый (тиосульфат) по СТ СЭВ 223—75, ч. д. а.;
 - кислоту аскорбиновую ч. д. а.;
 - кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. или х. ч.;
 - кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. или х. ч.;
 - кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, ч. д. а. или х. ч.;
 - воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
 - фильтры бумажные ФОМ (синяя лента).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

- 3.1. Приготовление основного стандартного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,10 мг/дм³
1,758 г двенадцативодной соли алюмокалиевых квасцов или

1,680 г двенадцативодной соли алюмоаммонийных квасцов помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 300—400 мл дистиллированной воды, растворяют соль, осторожно при перемешивании добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в колбе с хорошо пришлифованной пробкой. Срок хранения 3 мес.

3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,002 мг/см³

2 мл основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3. Приготовление раствора сульфата аммония 50,0 г сульфата аммония растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.4. Приготовление ацетатного буферного раствора (рН=4,5±0,1)

19,0 г трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и растворяют в 200—300 мл дистиллированной воды, приливают 8,5 мл ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; рН буферного раствора устанавливают потенциометрически и, при необходимости, доводят раствором гидроокиси натрия до рН 4,5.

3.5. Приготовление раствора гидроокиси натрия

5,0 г гидроокиси натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление раствора алюмиона

0,500 г алюмиона растворяют в 250 мл дистиллированной воды. Раствор следует использовать только через неделю после приготовления. Раствор алюмиона хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения 3 мес.

3.7. Приготовление 0,01 н. раствора тиосульфата из фиксанала.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению алюминия мешают: окисное железо (Fe^{+3}), хлор, фториды, полифосфаты.

Влияние железа (Fe^{+3}) до массовой концентрации 0,3 мг/дм³ и более устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой до закисного железа (Fe^{+2}).

Влияние остаточного активного хлора до массовой концентрации 0,5 мг/дм³ устраняется восстановлением его аскорбиновой

кислотой. Для этого в 50 мл анализируемой воды добавляют и растворяют 25—30 мг аскорбиновой кислоты. При наличии в воде остаточного активного хлора более 0,5 мг/дм³ его влияние устраняется добавлением эквивалентного количества 0,01 н. раствора серноватистокислого натрия.

Влияние фторидов массовой концентрацией более 0,3 мг/дм³ и полифосфатов массовой концентрацией более 0,2 мг/дм³ устраивается выпариванием с серной кислотой. Для этого 50 мл анализируемой воды помещают в кварцевые чашку или стакан, приливают 2 мл концентрированной серной кислоты и упаривают раствор до полного удаления паров серной кислоты. Сухой остаток обрабатывают 5 мл концентрированной соляной кислоты и выпаривают раствор до состояния влажных солей. К остатку приливают 15—20 мл горячей дистиллированной воды, перемешивают и фильтруют раствор через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 мл.

Чашку или стакан, в котором упаривалась проба воды, а также фильтр промывают три-пять раз 5 мл горячей дистиллированной воды (40—60°С), после охлаждения раствора его объем доводят до метки дистиллированной водой. В пробе воды, обработанной в зависимости от ее состава либо простым добавлением аскорбиновой кислоты, либо выпариванием с серной кислотой и дальнейшим введением аскорбиновой кислоты, определяют алюминий.

4.2. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25 мл обработанной воды (если массовая концентрация алюминия в воде более предельно допустимой концентрации 0,5 мг/дм³, то на анализ следует брать 10 мл воды), приливают 1 мл раствора сульфата аммония, перемешивают и добавляют 2 мл раствора алюминона. Раствор опять перемешивают, через 3—5 мин приливают 10 мл ацетатного буферного раствора и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят раствор для холостой пробы, не содержащий алюминий. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 25 мл дистиллированной воды, добавляют 1 мл раствора сульфата аммония, перемешивают, добавляют 25—30 мг аскорбиновой кислоты, перемешивают и далее поступают, как описано выше. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волнны 525—540 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм относительно холостой пробы. По градуировочному графику находят количество алюминия в пробе в микрограммах.

4.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 7,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 14,0 мкг алюминия, добавляют в колбы дистиллированную воду до объема примерно 20—

25 мл, приливают 1 мл раствора сульфата аммония, перемешивают, добавляют 25—30 мг аскорбиновой кислоты, перемешивают и далее проводят определение, как указано в п. 4.2.

Анализ со стандартными растворами алюминия повторяют еще два-три раза.

Строят калибровочный график зависимости оптической плотности растворов от количества алюминия, откладывая по оси абсцисс количество алюминия в микрограммах, а по оси ординат значение оптической плотности. График должен иметь прямолинейный характер.

Градуировочный график следует проверять по трем-четырем точкам еженедельно и строить заново при использовании новой партии алюминона и других реагентов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию алюминия (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

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

где C — количество алюминия в пробе, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 6% при массовой концентрации алюминия на уровне предельно допустимой концентрации.

Результат округляют до двух значащих цифр.

Сходимость результата анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{2 \cdot (P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \cdot 100,$$

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.