

ВОДА ПИТЬЕВАЯ**Метод определения массовой концентрации стронция****ГОСТ
23950—88**

Drinking water.

Method for determination of strontium mass concentration

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.90

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эмиссионный пламенно-фотометрический метод определения массовой концентрации стронция.

Эмиссионный пламенно-фотометрический метод основан на измерении абсолютной интенсивности излучения наиболее чувствительной резонансной линии стронция 460,7 нм при возбуждении его в пропановоздушном или ацетиленовоздушном пламени. Влияние мешающих компонентов устраняют добавлением в пробу хлористых солей лантана или кальция. Предел обнаружения стронция с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет 0,5 мг/дм³. Диапазон измерений 0,5—10 мг/дм³ (при массовой концентрации стронция свыше 10 мг/дм³ пробу разбавляют дистиллированной водой).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481*. Объем пробы для определения стронция должен быть не менее 100 см³.

1.2. Пробы воды консервируют путем добавления 1 см³ азотной кислоты разбавленной в соотношении 1:5, приготовленной по ГОСТ 4517, в 100 см³ пробы.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 см³, класс точности 2.

Пипетки мерные по ГОСТ 29227 вместимостью 0,5; 1; 5; 10; 25; 50; 100 см³, класс точности 2.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104**, класс точности 2.

Азотная кислота по ГОСТ 4461.

Кальций хлористый шестиводный (CaCl₂ · 6H₂O), ос. ч.

Лантан хлористый шестиводный (LaCl₃ · 6H₂O), ч. д. а.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.



Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Манометр на 0,2—0,3 МПа, класс точности 1,5.

Редуктор типа РДВ-5.

Спектрометр с системой призм или с дифракционной решеткой, с электронным фотоумножителем (область максимальной спектральной чувствительности 400—500 нм), с автоматической записью на самописце при сканировании аналитического участка спектра, с пламенным атомизатором, работающий в эмиссионном режиме. Прибор должен обеспечивать определение минимальных содержаний стронция (0,5—2,0 мг/дм³).

Баллон со сжатым пропаном с редуктором типа РДГ-6 или баллон со сжатым ацетиленом с редуктором типа ДАП-1.

Баллон со сжатым воздухом или компрессор, обеспечивающий давление на выходе не менее 0,3 МПа.

Примечание. Допускается использовать мерную посуду и другие спектрометры, имеющие аналогичные метрологические характеристики.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора хлористого кальция массовой концентрации 100 г/дм³ кальция

500 г шестиводного хлористого кальция помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают дистиллированную воду до метки и перемешивают.

3.2. Приготовление раствора хлористого лантана массовой концентрации 100 г/дм³ лантана

250 г шестиводного хлористого лантана помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают дистиллированную воду до метки и перемешивают.

3.3. Приготовление стандартных растворов стронция

Для приготовления основного стандартного раствора массовой концентрации 1,00 г/дм³ стронция 0,241 г азотнокислого стронция помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в дистиллированной воде, содержащей азотную кислоту, доводя объем раствора до метки. Азотную кислоту добавляют в дистиллированную воду из расчета 0,5 см³ кислоты, разбавленной 1:2, на 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения — не более одного года.

Стандартный раствор массовой концентрации 0,10 г/дм³ стронция готовят разбавлением в 10 раз основного стандартного раствора дистиллированной водой, в которую добавлена азотная кислота из расчета 10 см³ кислоты, разбавленной 1:5, на 1000 см³ дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. К 100 см³ отобранной для анализа пробы приливают 2 см³ раствора хлористого кальция или 1 см³ раствора хлористого лантана, приготовленных как указано в пп. 4.2 и 4.3, и тщательно перемешивают. Подготовленную для анализа пробу подают с помощью распылителя в пламя горелки. Используют ацетиленовоздушное или пропановоздушное пламя. Воздух подают под давлением 0,1—0,15 МПа при постоянном контроле стабильности его подачи по манометру. Стабильность подачи горючего газа обеспечивается редуктором, установленным

непосредственно на баллоне. Количество подаваемого в горелку горючего газа контролируют по величине и устойчивости синего конуса пламени.

На диаграммной ленте самописца регистрируют сигнал, соответствующий интенсивности резонансной линии стронция (460,7 нм). Абсолютная интенсивность излучения стронция прямо пропорциональна содержанию его в пробе. Абсолютную интенсивность измеряют в делениях диаграммной ленты самописца, исключив интенсивность фона спектра пробы и темновой ток фотоумножителя.

4.2. Для построения градуировочного графика готовят шкалу рабочих стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 1000 см³ отбирают 5; 10; 25; 50; 100 см³ стандартного раствора, содержащего 0,10 г/дм³ стронция, добавляют по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и доводят дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация стронция в рабочих стандартных растворах соответственно составляет 0,50; 1,00; 2,50; 5,00; 10,0 мг/дм³. В 100 см³ каждого стандартного раствора и анализируемой пробы добавляют по 2 см³ раствора хлористого кальция или по 1 см³ раствора хлористого лантана.

4.3. Пробы и стандартные растворы подают с помощью распылителя в пламя горелки и регистрируют интенсивность излучения стронция. Стандартные растворы измеряют в порядке возрастания массовой концентрации стронция в начале и в конце определения. Если анализируют более 15 проб, то через каждые 10 проб повторяют измерение шкалы стандартных растворов. После измерения стандартных растворов и после каждой пробы горелку-распылитель промывают дистиллированной водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По стандартным растворам строят градуировочный график зависимости абсолютной интенсивности излучения стронция от его массовой концентрации в растворе. Для этого по оси абсцисс откладывают значение массовой концентрации стронция в стандартном растворе (0,50; 1,00; 2,50; 5,00; 10,0 мг/дм³), а по оси ординат — соответствующие значения абсолютной интенсивности в делениях диаграммной ленты. График строят в линейном масштабе.

Измерив абсолютную интенсивность излучения стронция в пробе, определяют по графику его массовую концентрацию (мг/дм³) в анализируемой пробе.

5.2. Допускаемые значения показателя точности измерений в зависимости от диапазона измеряемых содержаний стронция приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Диапазон измеряемой массовой концентрации стронция, мг/дм ³ | Предел допускаемых значений относительного средне-квадратичного отклонения результатов измерений σ_p [Δ r] | Предел допускаемых значений относительного расхождения двух измерений одной пробы, выполняемых в разных условиях, при $P = 0,95$ $\Delta_{p, r} = 2,77 \sigma_p$ [Δ r] |
|--|---|--|
| От 0,5 до 5 включ. | 10 | 28 |
| Св.5 | 5 | 14 |

5.3. Систематическая составляющая погрешности измерений должна быть не более $1/3$ значения предела допускаемого значения среднеквадратичного отклонения результатов измерений.

С. 4 ГОСТ 23950—88

5.4. Точность измерений контролируют путем анализа зашифрованных (в том числе стандартных) проб, включаемых 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 установить возможность ее применения для питьевого водоснабжения при массовой концентрации стронция от 6 до 8 мг/дм³ (при ПДК 7 мг/дм³).

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

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

где C_1 — результат основного измерения;

C_2 — результат контрольного измерения.

Полученное значение Δ_r сравнивают со значением $\Delta_{p,r}$ (см. табл.1). Если $\Delta_r < \Delta_{p,r}$, то результат анализа считают правильным, если $\Delta_r > \Delta_{p,r}$ то при стопроцентном контроле анализ повторяют до получения удовлетворительных результатов, а при тридцатипроцентном контроле (число проб в выборке более 15) число промахов должно укладываться в допустимое приемочное число, указанное в табл. 2.

Таблица 2

| Число анализируемых проб | Число контрольных проб | Приемочное число |
|--------------------------|------------------------|------------------|
| 15—60 | 5—20 | 1 |
| 61—100 | 20—30 | 2 |
| 101—150 | 30—50 | 3 |

Если число промахов больше приемочного числа, анализ повторяют до получения удовлетворительных результатов.

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

$$\Delta_s = \frac{C - C_0}{C_0} \cdot 100$$

при числе параллельных определений не менее пяти,

где C — среднее значение измерений;

C_0 — аттестованное значение содержания стронция.

Систематическая составляющая погрешности должна соответствовать требованиям п. 5.3.

5.7. Стабильность работы аппаратуры и градуировочного графика контролируют путем регулярного повторения анализа серии стандартных растворов через каждые 10—15 проб, а также в начале и конце съемки.

5.8. Загрязненность реактивов стронцием контролируют путем проведения анализа «холостых» проб на реактивы.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством геологии СССР**
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.08.88 № 2932**
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 23950-80**
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 1770—74 | 2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2 |
| ГОСТ 4517—87 | 1.2 |
| ГОСТ 5429—74 | 2 |
| ГОСТ 6709—72 | 2 |
| ГОСТ 24104—88 | 2 |
| ГОСТ 24481—80 | 1.1 |
| ГОСТ 29227—91 | 2 |

- 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**
- 6. ПЕРЕИЗДАНИЕ**