



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
С О Ю З С С Р

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

СБОРНИК

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

М. С. К. В. А.

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

МОСКВА — 1984

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Вода питьевая. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 сентября 1983 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

В $\frac{31\ 700}{085(02)}-84$

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Гигиенические требования и контроль
за качествомDrinking water. Hygienic requirements
and quality controlГОСТ
2874—82Взамен
ГОСТ 2874—73

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18 октября
1982 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01.85

до 01.01.90

для вновь строящихся и вводимых в действие водопроводных сооружений

с 01.01.84

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду, подаваемую централизованными системами хозяйственно-питьевого водоснабжения, а также централизованными системами водоснабжения, подающими воду одновременно для хозяйственно-питьевых и технических целей, и устанавливает гигиенические требования и контроль за качеством питьевой воды.

Стандарт не распространяется на воду при нецентрализованном использовании местных источников без разводящей сети труб.

1. ГИГИЕНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Питьевая вода должна быть безопасна в эпидемическом отношении, безвредна по химическому составу и иметь благоприятные органолептические свойства.

1.2. Качество воды определяют ее составом и свойствами при поступлении в водопроводную сеть; в точках водоразбора наружной и внутренней водопроводной сети.

1.3. Микробиологические показатели воды

1.3.1. Безопасность воды в эпидемическом отношении определяют общим числом микроорганизмов и числом бактерий группы кишечных палочек.

1.3.2. По микробиологическим показателям питьевая вода должна соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норматив	Метод испытания
Число микроорганизмов в 1 мл ³ воды, не более	100	По ГОСТ 18963—73
Число бактерий группы кишечных палочек в 1 л воды (коли-индекс), не более	3	По ГОСТ 18963—73

1.4. Токсикологические показатели воды

1.4.1. Токсикологические показатели качества воды характеризуют безвредность ее химического состава и включают нормативы для веществ:

встречающихся в природных водах;

добавляемых к воде в процессе обработки в виде реагентов;

появляющихся в результате промышленного, сельскохозяйственного, бытового и иного загрязнения источников водоснабжения.

1.4.2. Концентрация химических веществ, встречающихся в природных водах или добавляемых к воде в процессе ее обработки, не должны превышать нормативов, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норматив	Метод испытания
Алюминий остаточный (Al), мг/л, не более	0,5	По ГОСТ 18165—81
Бериллий (Be), мг/л, не более	0,0002	По ГОСТ 18294—81
Молибден (Mo), мг/л, не более	0,25	По ГОСТ 18308—72
Мышьяк (As), мг/л, не более	0,05	По ГОСТ 4152—81
Нитраты (NO ₃), мг/л, не более	45,0	По ГОСТ 18826—73
Полиакриламид остаточный, мг/л, не более	2,0	По ГОСТ 19355—74
Свинец (Pb), мг/л, не более	0,03	По ГОСТ 18293—72
Селен (Se), мг/л, не более	0,001	По ГОСТ 19413—81
Стронций (Sr), мг/л, не более	7,0	По ГОСТ 23950—80
Фтор (F), мг/л, не более для климатических районов:		По ГОСТ 4386—81
I и II	1,5	
III	1,2	
IV	0,7	

1.5. Органолептические показатели воды

1.5.1. Показатели, обеспечивающие благоприятные органолептические свойства воды, включают нормативы для веществ: встречающихся в природных водах;

добавляемых к воде в процессе обработки в виде реагентов; появляющихся в результате промышленного, сельскохозяйственного и бытового загрязнений источников водоснабжения.

1.5.2. Концентрации химических веществ, влияющих на органолептические свойства воды, встречающихся в природных водах или добавляемых к воде в процессе ее обработки, не должны превышать нормативов, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Наименование показателя	Норматив	Метод испытания
Водородный показатель, pH	6,0—9,0	Измеряется на pH-метре любой модели со стеклянным электродом с погрешностью измерений, не превышающей 0,1 pH
Железо (Fe), мг/л, не более	0,3	По ГОСТ 4011—72
Жесткость общая, мг-экв/л, не более	7,0	По ГОСТ 4151—72
Марганец (Mn), мг/л, не более	0,1	По ГОСТ 4974—72
Медь (Cu^{2+}), мг/л, не более	1,0	По ГОСТ 4388—72
Полифосфаты остаточные (PO_4^{3-}), мг/л, не более	3,5	По ГОСТ 18309—72
Сульфаты (SO_4^{--}), мг/л, не более	500	По ГОСТ 4389—72
Сухой остаток, мг/л, не более	1000	По ГОСТ 18164—72
Хлориды (Cl^-), мг/л, не более	350	По ГОСТ 4245—72
Цинк (Zn^{2+}), мг/л, не более	5,0	По ГОСТ 18293—72

Примечания:

1. Для водопроводов, подающих воду без специальной обработки по согласованию с органами санитарно-эпидемиологической службы допускается: сухой остаток до 1500 мг/л; общая жесткость до 10 мг-экв/л; железо до 1 мг/л; марганец до 0,5 мг/л.

2. Сумма концентраций хлоридов и сульфатов, выраженных в долях предельно допустимых концентраций каждого из этих веществ в отдельности, не должна быть более 1.

1.5.3. Органолептические свойства воды должны соответствовать требованиям, указанным в табл. 4.

Таблица 4

Наименование показателя	Норматив	Метод испытания
Запах при 20° С и при нагревании до 60°, баллы, не более	2	По ГОСТ 3351—74
Вкус и привкус при 20° С, баллы, не более	2	По ГОСТ 3351—74
Цветность, градусы, не более	20	По ГОСТ 3351—74
Мутность по стандартной шкале, мг/л, не более	1,5	По ГОСТ 3351—74

Примечание. По согласованию с органами санитарно-эпидемиологической службы допускается увеличение цветности воды до 35°; мутности (в паводковый период) до 2 мг/л.

1.5.4. Вода не должна содержать различные невооруженным глазом водные организмы и не должна иметь на поверхности пленку.

1.6. Концентрации химических веществ, не указанных в табл. 2 и 3, но присутствующих в воде в результате промышленного, сельскохозяйственного и бытового загрязнений, не должны превышать ПДК, утвержденных Министерством здравоохранения СССР для воды водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования по органолептическому и санитарно-токсикологическому признаку, а также норм радиационной безопасности НРБ-76. При обнаружении в воде таких химических веществ с одинаковым лимитирующим признаком вредности, сумма отношений обнаруженных концентраций в воде и их ПДК не должна быть более 1.

Расчет ведется по формуле

$$\frac{C_1}{ПДК_1} + \frac{C_2}{ПДК_2} + \dots + \frac{C_n}{ПДК_n} \leq 1,$$

где C_1, C_2, C_n — обнаруженные концентрации, мг/л.

2. КОНТРОЛЬ ЗА КАЧЕСТВОМ ВОДЫ

2.1. Учреждения и организации, в ведении которых находятся централизованные системы хозяйственно-питьевого водоснабжения и водопроводы, используемые одновременно для хозяйственно-питьевых и технических целей, постоянно контролируют качество воды на водопроводе в местах водозабора, перед поступлением в сеть, а также в распределительной сети в соответствии с требованиями настоящего раздела.

2.2. Методы отбора проб — по ГОСТ 24481—80 и ГОСТ 18963—73.

2.3. Лабораторно-производственный контроль в местах водозабора проводят в пределах требований данного стандарта; перечень показателей согласовывается с органами санитарно-эпидемиологической службы с учетом местных природных и санитарных условий.

На водопроводах с подземным источником водоснабжения анализ воды в течение первого года эксплуатации проводят не реже четырех раз (по сезонам года), в дальнейшем — не реже одного раза в год в наиболее неблагоприятный период по результатам наблюдений первого года.

На водопроводах с поверхностным источником водоснабжения анализ воды проводят не реже одного раза в месяц.

2.4. Лабораторно-производственный контроль качества воды перед поступлением в сеть проводят по микробиологическим, химическим и органолептическим показателям.

2.4.1. Микробиологический анализ проводят по показателям, установленным в табл. 1.

На водопроводах с подземным источником водоснабжения должен проводиться анализ

при отсутствии обеззараживания:

не менее одного раза в месяц — при численности населения до 20 000 чел;

не менее двух раз в месяц — при численности населения до 50 000 чел;

при обеззараживании:

один раз в неделю — при численности населения до 20 000 чел;

три раза в неделю — при численности населения до 50 000 чел;

ежедневно — при численности населения более 50 000 чел.

На водопроводах с поверхностным источником водоснабжения должен проводиться анализ:

не реже одного раза в неделю и ежедневно в весенне-осенний периоды — при численности населения до 10 000 чел.;

не реже одного раза в сутки — более 10 000 чел.

2.4.2. При контроле обеззараживания воды хлором и озоном на водопроводах с подземными и поверхностными источниками водоснабжения концентрацию остаточного хлора и остаточного озона определяют не реже одного раза в час по ГОСТ 18190—72 и ГОСТ 18301—72.

2.4.3. Содержание остаточного хлора в воде после резервуаров чистой воды должно быть в пределах, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Хлор остаточный	Концентрация остаточного хлора, мг/л	Необходимое время контакта хлора с водой, мин, не менее
1. Свободный	0,3—0,5	30
2. Связанный	0,8—1,2	60

Примечание. При совместном присутствии свободного и связанного хлора, при концентрации свободного хлора более 0,3 мг/л, контроль осуществляется по подпункту 1, при концентрации свободного хлора менее 0,3 мг/л — по подпункту 2.

2.4.4. В отдельных случаях по указанию органов санитарно-эпидемиологической службы или по согласованию с ними допускается повышенная концентрация остаточного хлора в воде.

2.4.5. При озонировании воды с целью обеззараживания концентрация остаточного озона после камеры смешения должна быть 0,1—0,3 мг/л при обеспечении времени контакта не менее 12 мин.

2.4.6. При необходимости борьбы с биологическими обрастаниями в водопроводной сети места введения и дозы хлора согласовываются с органами санитарно-эпидемиологической службы.

2.5. Химический анализ воды проводят по показателям, установленным в табл. 2 и 3 (за исключением остаточных количеств реагентов), а также по п. 1.6. Перечень показателей и частоту отбора проб согласовывают с органами санитарно-эпидемиологической службы с учетом местных природных и санитарных условий.

2.5.1. Лабораторно-производственный контроль за остаточными количествами реагентов и удаляемых веществ при обработке воды на водопроводах специальными методами проводится в зависимости от характера обработки в соответствии с графиком, согласованным с санитарно-эпидемиологической службой, но не реже одного раза в смену.

2.6. Органолептические показатели, указанные в табл. 4, определяют при анализе всех проб (за исключением проб на остаточный хлор и озон), отбираемых на водопроводах из подземных и поверхностных источников.

2.7. Лабораторно-производственный контроль в распределительной сети проводят по следующим показателям: коли-индекс, общее число микроорганизмов в 1 мл³, мутность, цветность, запах, вкус и привкус воды.

При обнаружении микробного загрязнения свыше допустимых нормативов для выявления причин загрязнения должен проводиться повторный отбор проб с дополнительными исследованиями на наличие бактерий — показателем свежего фекального загрязнения по ГОСТ 18963—73, минеральных азотсодержащих веществ по ГОСТ 4192—82 и ГОСТ 18826—73; хлоридов по ГОСТ 4245—72.

2.7.1. Отбор проб в распределительной сети проводят из уличных водоразборных устройств, характеризующих качество воды в основных магистральных водопроводных линиях, из наиболее возвышенных и тупиковых участков уличной распределительной сети. Отбор проб проводят также из кранов внутренних водопроводных сетей всех домов, имеющих подкачку и местные водонапорные баки.

2.7.2. Общее количество проб для анализа в указанных местах распределительной сети должно согласовываться с органами санитарно-эпидемиологической службы и соответствовать требованиям табл. 6.

Таблица 6

Количество обслуживаемого населения, человек	Минимальное количество проб, отбираемых по всей разводящей сети в месяц
До 10 000	2
До 20 000	10
До 50 000	30
До 100 000	100
Более 100 000	200

В число проб не входят обязательные контрольные пробы после ремонта и переустройства водопровода и распределительной сети.

2.8. Государственный санитарный надзор за качеством воды централизованных систем хозяйственно-питьевого водоснабжения осуществляется по программе и в сроки, установленные местными органами санитарно-эпидемиологической службы.

Группа Т58

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Охрана природы. Гидросфера

ПРАВИЛА ВЫБОРА И ОЦЕНКА КАЧЕСТВА
ИСТОЧНИКОВ ЦЕНТРАЛИЗОВАННОГО
ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО ВОДОСНАБЖЕНИЯNature protection. Hydrosphere. Selection and
quality assessment of centralized water-supply
sources for domestic consumptionГОСТ
17.1.3.03—77*
(СТ СЭВ 1924—79)
Взамен
ГОСТ 2761—57

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 10 июня 1977 г. № 1459 срок введения установлен

с 01.07.78

Проверен в 1982 г. Постановлением Госстандарта от 17.01.83 № 218 срок дей-
ствия продлен

до 01.01.86

Настоящий стандарт распространяется на источники водоснабжения, используемые или намечаемые к использованию для централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения и устанавливает правила выбора и оценку качества источников централизованного водоснабжения.

Настоящий стандарт не распространяется на источники для нецентрализованного водоснабжения и для судов всех категорий и других плавающих объектов, а также на морские источники водоснабжения и источники минеральной воды.

1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Водные объекты, качество воды которых соответствует установленным санитарным требованиям, предоставляются в первую очередь для хозяйственно-питьевого водоснабжения.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



1.2. Пригодность источника для хозяйственно-питьевого водоснабжения устанавливается на основе:

санитарного состояния места размещения водозаборных сооружений и прилегающей территории — для подземных источников водоснабжения;

санитарного состояния места водозабора и самого источника выше и ниже водозабора — для поверхностных источников водоснабжения;

качества воды источника водоснабжения;

степени природной и санитарной надежности и прогноза их санитарного состояния.

Программа обследования источников водоснабжения дана в рекомендуемом приложении 1.

1.3. Источник водоснабжения и водозаборные сооружения водопровода должны быть защищены от загрязнения путем организации зон санитарной охраны в соответствии с действующим законодательством.

1.4. Организация санитарных, гидрогеологических, гидрологических и топографических обследований проводится организацией, для которой осуществляется выбор источника водоснабжения.

1.5. Отбор проб воды и анализ их осуществляются учреждениями санитарно-эпидемиологической службы, а также другими организациями, которым санитарно-эпидемиологическая служба предоставляет право проведения санитарных анализов.

1.6. К использованию разрешаются источники водоснабжения, выбор которых согласован с органами и учреждениями санитарно-эпидемиологической службы Министерства здравоохранения СССР и союзных республик, а также медицинскими службами других ведомств, на которые возложено решение этого вопроса.

2. ПРАВИЛА ВЫБОРА ИСТОЧНИКОВ ВОДОСНАБЖЕНИЯ

2.1. При выборе источника водоснабжения в первую очередь должны быть использованы межпластовые напорные подземные воды. При невозможности использования таких источников водоснабжения следует переходить к другим источникам в порядке снижения их санитарной надежности:

межпластовым безнапорным водам;

трещинно-карстовым водам при условии их особо тщательной гидрологической разведки и характеристики;

грунтовыми водами, в том числе инфильтрационными, подрусловыми и искусственно пополняемым;

поверхностными водами (рекам, водохранилищам, озерам, каналам).

2.2. Дебит источника водоснабжения (или суммарный дебит нескольких источников) должен соответствовать потребности в воде населенного пункта (объекта) и перспективе его развития.

2.3. При выборе подземных источников водоснабжения в первую очередь должны быть использованы такие, состав и свойства воды которых соответствуют требованиям ГОСТ 2874—82.

2.4. Если вода подземного источника не соответствует требованиям ГОСТ 2874—82, по согласованию с органами санитарно-эпидемиологической службы источник водоснабжения может быть использован при условии выполнения дополнительных мероприятий, обеспечивающих качество питьевой воды требованиям ГОСТ 2874—82.

2.5. При выборе поверхностных источников водоснабжения состав и свойства их воды должны соответствовать требованиям и нормам, установленным в обязательном приложении 2.

Во всех случаях должны быть предусмотрены соответствующая очистка и обеззараживание воды.

2.6. При несоответствии поверхностного источника водоснабжения требованиям п. 2.5 по согласованию с органами санитарно-эпидемиологической службы источник водоснабжения может быть выбран при условии выполнения дополнительных мероприятий, обеспечивающих качество питьевой воды, соответствующее требованиям ГОСТ 2874—82.

2.7. Из возможных источников водоснабжения выбирают лишь те, для которых имеется реальная возможность организации зоны санитарной охраны.

2.8. Выбор источника водоснабжения при наличии нескольких источников и равной возможности обеспечения требуемого качества воды должен осуществляться с учетом их надежности и сравнения технико-экономических расчетов.

2.9. При выборе источников водоснабжения могут быть использованы результаты анализов качества воды, полученных не более чем за последние три года с момента выбора источника.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов», № 12 1980 г.).

3. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОДЫ ИСТОЧНИКОВ ВОДОСНАБЖЕНИЯ

3.1. Исследование воды подземных источников водоснабжения

3.1.1. Пробы воды следует отбирать из водоносного горизонта, предполагаемого к эксплуатации, а также из тех водоносных горизонтов, которые с ним гидравлически связаны, при существующем водозаборе непосредственно после насосов первого подъема.

3.1.2. Пробы воды из вновь сооруженных или долго бездействующих скважин отбирают после длительной откачки, выполнен-

ной до постоянного динамического уровня и осветления воды при производительности, равной или несколько больше проектной.

3.1.3. Количество разовых проб воды из межпластовых напорных водоносных горизонтов — не менее двух, взятых с интервалом отбора не менее 24 ч для каждого водоносного горизонта в отдельности. Для других подземных источников водоснабжения пробы отбирают в течение 1 года: в каждый характерный в данном климатическом районе период, из каждого водоносного горизонта в отдельности по две пробы с интервалом отбора не менее 24 ч.

3.1.4. Для источников водоснабжения в карстовых районах пробы воды отбирают также, как указано в п. 3.1.3, после сильных дождей через интервал времени, достаточный для прохождения воды через закарстованную горную породу.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 12 1980 г.).

3.1.5. Исследование качества воды подземных источников водоснабжения проводят в соответствии с обязательным приложением 3.

3.1.6. При анализе воды подземных источников водоснабжения, для которых не исключена возможность загрязнения используемого горизонта с поверхности или сезонные колебания состава и свойства воды, проводят дополнительно исследования на бытовое (обязательное приложение 3) и промышленное загрязнение и загрязнение, вызванное сельским хозяйством (применительно к местным условиям).

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 12 1980 г.).

3.1.7. При обнаружении сезонных колебаний химического состава воды для предупреждения возможного бактериального загрязнения должно обеспечиваться ее обеззараживание.

3.2. Исследование воды поверхностных источников водоснабжения

3.2.1. Отбор проб воды из поверхностных источников проводят на расстоянии 1 км выше по течению от предполагаемого места водозабора, а на непроточных водоемах и водохранилищах на расстоянии 1 км в обе стороны от водозабора. При существующем водозаборе допускается отбор проб непосредственно после насосов первого подъема.

3.2.2. Количество разовых проб — не менее 12 в год, забираемых ежемесячно.

3.2.3. Исследование качества воды поверхностных источников водоснабжения проводят в соответствии с обязательным приложением 4.

3.2.4. При неблагоприятной санитарной и эпидемической обстановке, а также при коли-индексе более 10000 проводят дополнительные исследования воды на патогенные кишечные бактерии и

вирусы и на показатели свежего фекального загрязнения (см. обязательное приложение 4).

4. ОЦЕНКА ПРИГОДНОСТИ ИСТОЧНИКА ВОДОСНАБЖЕНИЯ

4.1. Пригодность источника для централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения и места водозабора устанавливают органы и учреждения санитарно-эпидемиологической службы Министерства здравоохранения СССР и союзных республик, а также медицинские службы других ведомств, на которые возложено решение этого вопроса.

4.2. Оценка пригодности источника водоснабжения производится на основании материалов, содержащих следующие данные:

краткую характеристику населенного пункта (объекта), ситуационный план с нанесением места предполагаемого водозабора, схему проектируемого централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения с указанием максимального суточного уровня водопотребления на расчетную перспективу, данные о качестве воды источников; о возможности создания зон санитарной охраны;

при подземном источнике водоснабжения — гидрогеологическую характеристику используемого водоносного горизонта, наличие и характер перекрывающих его слоев и степени их водонепроницаемости, зону питания, соответствие дебита источника намечаемому водоотбору,

статистический и динамический уровни, санитарную характеристику местности в районе водозабора, существующие и потенциальные источники загрязнения;

при поверхностном источнике водоснабжения — гидрологические данные, минимальные и средние расходы воды, соответствие их предполагаемому водозабору, санитарную характеристику бассейна, развитие промышленности, наличие и возможность появления источников бытового, промышленного и сельскохозяйственно-го загрязнения в районе предполагаемого водозабора.

4.3. Заключение о пригодности источников водоснабжения должно содержать данные:

об объекте водоснабжения и санитарной характеристике намечаемых к использованию источников водоснабжения;

о качестве воды источников водоснабжения и прогнозе их состояния;

о мероприятиях по намечаемой обработке воды источников водоснабжения и ожидаемой их гигиенической эффективности с целью доведения качества воды до требований ГОСТ 2874—82 и по созданию зон санитарной охраны.

4.2, 4.3. (Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 12 1980 г.).

4.4. Заключение санитарно-эпидемиологической службы о возможности использования источника водоснабжения действует в течение 3 лет.

ПРОГРАММА ОБСЛЕДОВАНИЯ ИСТОЧНИКОВ ВОДОСНАБЖЕНИЯ**1. Для поверхностных источников**

1.1. Гидрологические и гидрометрические данные (площадь бассейна питаний водозабора), режим поверхностного стока, сезонные колебания, максимальные, минимальные и средние расходы, скорость и уровень воды в месте водозабора, средние сроки ледостава и вскрытия, предполагаемый размер используемой воды и его соответствие минимальному расходу в источнике.

1.2. Общая санитарная характеристика бассейна в той его части, которая может влиять на качество воды в водозаборе:

характер геологического строения бассейна, почва, растительность, наличие лесов, возделываемых земель, населенных мест;

занятие населения, промыслы, промышленные предприятия (их число, размеры, расположение, характер производства);

причины, влияющие или могущие влиять на ухудшение качества воды в водоеме, способы и места удаления твердых и жидких отходов в районе нахождения источника; наличие бытовых, производственных стоков, загрязняющих водоем, количество отводимых ими сточных вод, сооружения для их очистки и места их расположения;

расстояние от места спуска стоков до водозабора;

наличие других возможных причин загрязнения источника (судоходство, лесосплав, водопой, зимние свалки на лед, купание, водный спорт и т.д.).

1.3. Характеристика самоочищающей способности водоема.

1.4. Для водохранилищ, кроме того, должны быть указаны: площадь зеркала и объем водохранилища; полезный и мертвый объем; режим питания и использования; сработка воды в водохранилище; план водохранилища, его максимальная и минимальная глубина; характер дна и берегов, наличие цветения, зарастания, заиления; направление господствующих ветров и течений.

2. Для подземных источников

2.1. Общее геологическое строение местности; гидрогеологическая характеристика пройденных скважиной пород и водоносных слоев; данные о характере водоносных слоев (пески, гравий, трещиноватые породы), об эксплуатируемом горизонте, о глубине (отметка) стояния воды в скважине (статический уровень).

2.2. Сведения о предполагаемом бассейне питания водоносных слоев, принятых для водоснабжения; его характеристика — топографическая, почвенная и санитарная; используемый или предполагаемый к использованию водоносный горизонт и степень соответствия его водоотдачи намечаемому использованию воды; динамический уровень воды при расчетном количестве отбираемой воды.

2.3. Данные о степени проницаемости слоев, перекрывающих водоносный горизонт, данные о возможности влияния зоны питания на качество воды.

2.4. Санитарная характеристика местности, непосредственно прилегающей к скважинам; расположение и расстояние от скважины (колодца, ключа) до возможных источников ее загрязнения; наличие брошенных скважин, поглощающих воронок, провалов, колодцев, подсосов из других горизонтов.

3. Общие данные

3.1. Данные о возможности организации зон санитарной охраны источника водоснабжения; примерные границы зоны санитарной охраны по отдельным ее поясам; при существующем источнике — данные о состоянии зоны санитарной охраны.

3.2. Данные о необходимости обработки воды источника (обеззараживание, осветление, обезжелезивание и пр.).

3.3. Санитарная характеристика существующей или предполагаемой конструкции водозабора (водоприемник, скважина, колодец, каптаж); степень защищенности источника от проникновения загрязнений извне, соответствие принятых мест, глубины, типы и конструкции водозабора его назначению и степени обеспечения получения воды возможно лучшего в данных условиях качества.

3.4. Характеристика санитарного и технического состояния водозабора (если он уже существует).

3.5. Данные о смежных водозаборах, использующих тот же бассейн питания (их местоположение, производительность, качество воды).

**СОСТАВ И СВОЙСТВА ВОДЫ ПОВЕРХНОСТНЫХ ИСТОЧНИКОВ
ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО ВОДОСНАБЖЕНИЯ**

Показатель	Требования и норматив
Плавающие примеси (вещества)	На поверхности водоема не должны обнаруживаться плавающие пленки, пятна минеральных масел и скопления других примесей
Запахи, привкусы	Вода не должна приобретать запахи и привкусы интенсивностью более двух баллов, обнаруживаемых непосредственно или при последующем хлорировании
Окраска	Не должна обнаруживаться в столбике 20 см
Водородный показатель	Не должна выходить за пределы 6,5—8,5 pH
Минеральный состав	Не должен превышать по сухому остатку 1000 мг/дм ³ , в том числе хлоридов 350 мг/дм ³ и сульфатов 500 мг/дм ³
Биохимическая потребность в кислороде	Полная потребность воды при 20° С не должна превышать 3 мг/дм ³
Бактериальный состав	Вода не должна содержать возбудителей кишечных заболеваний.
	Число бактерий группы кишечных палочек (коли-индекс) не более 10000 в 1000 мл воды
Токсические химические вещества	Не должны содержаться в воде в концентрациях, превышающих нормативы, установленные Министерством здравоохранения СССР

(Измененная редакция. — «Информ. указатель стандартов» № 12 1980 г.).

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ ПОДЗЕМНЫХ
ИСТОЧНИКОВ ВОДОСНАБЖЕНИЯ

Наименование источника водоснабжения _____

Место взятия пробы _____ наименование водоносного горизонта _____

Кем взята проба (фамилия, должность, организация) _____

Дата (число, час) взятия пробы _____ время доставки пробы в лабораторию _____

Дата производства анализа: начало _____ окончание _____

Адрес и наименование лаборатории _____

1. Органолептические показатели качества воды

Запах при 20° С (качественно, баллы)

Запах при 60° С (качественно, баллы)

Привкус при 20° С (качественно, баллы)

Цветность по шкале (градусы)

Мутность (стандартная шкала, мг/дм³)Сухой остаток, мг/дм³Хлориды (Cl⁻), мг/дм³Сульфаты (SO₄²⁻), мг/дм³Железо (Fe²⁺,³⁺), мг/дм³Марганец (Mn²⁺), мг/дм³Медь (Cu²⁺), мг/дм³Цинк (Zn²⁺), мг/дм³Общая жесткость, мг-экв/дм³

Водородный показатель (рН)

2. Показатели содержания токсических химических веществ

Бериллий (Be²⁺), мг/дм³Молибден (Mo⁶⁺), мг/дм³Мышьяк (As³⁺,⁵⁺), мг/дм³Нитраты (по N), мг/дм³Свинец (Pb²⁺), мг/дм³Селен (Se), мг/дм³Стронций (Sr²⁺), мг/дм³Фтор (F⁻), мг/дм³Уран (U), мг/дм³Радий 226 (Ra), Ки/дм³

3. Микробиологические показатели воды

Число сапрофитных бактерий в 1 мл

Индекс бактерий группы кишечных палочек

Анализ проводили:

Заключение (основное) _____

Дата _____ месяц _____ год _____

Зав. отделением коммунальной гигиены

4. Дополнительные исследования при подозрении на загрязнение источника водоснабжения

Аммоний солевой (по N), мг/дм³

Окисляемость (перманганатная), мгО/дм^3
Нитриты (по N), мг/дм^3
Промышленные загрязнения (какие), мг/дм^3

а) _____

б) _____

Загрязнения, связанные с сельским хозяйством (какие)

Анализ проводили: _____

Заключение по дополнительным исследованиям _____

Общее заключение

Дата _____ месяц _____ год _____

Зав. отделом коммунальной гигиены

Примечания:

1. Привкус определяют при отсутствии подозрений на загрязненность воды.
2. Перечень показателей допускается изменять по согласованию с санитарно-эпидемиологической службой в зависимости от местных природных и санитарных условий.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 12 1980 г.).

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ ПОВЕРХНОСТНЫХ
ИСТОЧНИКОВ ВОДОСНАБЖЕНИЯ

Наименование источника водоснабжения _____

Место взятия пробы _____

Кем взята проба (фамилия, должность, организация) _____

Дата (число, час) взятия пробы _____ время доставки пробы в ла-
бораторию _____

Дата производства анализа: начало _____ окончание _____

Адрес и наименование лаборатории _____

1. Органолептические показатели качества воды

Плавающие примеси

Запах при 20° С (качественно, баллы)

Запах при 60° С (качественно, баллы)

Окраска исчезает в столбе, см

Цветность по шкале (градусы)

Взвешенные вещества, мг/дм³

Прозрачность (по Снеллену), см

Сухой остаток, мг/дм³Хлориды (Cl⁻), мг/дм³Сульфаты (SO₄²⁻), мг/дм³Железо (Fe²⁺,³⁺), мг/дм³Поверхностно-активные вещества (ПАВ) анионактивные (суммарно), мг/дм³Общая жесткость, мг-экв/дм³

Щелочность

Водородный показатель (рН)

Биохимическое потребление кислорода (БПК_{пол}), мгО₂/дм³Окисляемость бихроматная (ХПК), мгО/дм³Аммоний солевой (по N), мг/дм³Нитриты (по N), мг/дм³

2. Показатели токсичности химических веществ

Нитраты (по N), мг/дм³Фтор (F⁻), мг/дм³

3. Микробиологические показатели воды

Число сапрофитных бактерий в 1 мл

Индекс бактерий группы кишечных палочек

Анализ проводили:

Заключение: _____

Число _____ месяц _____ год _____

Зав. отделением коммунальной гигиены _____

4. Дополнительные исследования (см. п. 3.2.4 настоящего стандарта)
Промышленные загрязнения (какие)а) _____ мг/дм³б) _____ мг/дм³

Загрязнения, связанные с сельским хозяйством (какие)
Возбудители кишечных инфекций (сальмонеллы, шигеллы, энтеровирусы)
Косвенные микробиологические показатели (E.coli, энтерококки, фаги бактерий группы кишечных палочек).

Анализ проводили:

Заключение:

Число _____ месяц _____ год _____

Общее заключение _____

Дата _____

Зав. отделением коммунальной гигиены _____

Примечание. Перечень показателей допускается изменить по согласованию с санитарно-эпидемиологической службой в зависимости от местных природных и санитарных условий.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 12 1980 г.).

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения общей жесткости

Drinking water. Method for determination
of total hardness contentГОСТ
4151—72Взамен
ГОСТ 4151—48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. № 1855 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает комплексометрический метод определения общей
жесткости.

Метод основан на образовании прочного комплексного соеди-
нения трилона Б с ионами кальция и магния.

Определение проводят титрованием пробы трилоном Б при
рН 10 в присутствии индикатора.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ
4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения общей жесткости дол-
жен быть не менее 250 мл.

1.3. Если определение жесткости не может быть проведено в
день отбора пробы, то отмеренный объем воды, разбавленный
дистиллированной водой 1:1, допускается оставлять для опреде-
ления до следующего дня.

Пробы воды, предназначенные для определения общей жест-
кости, не консервируют.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 20292—74
вместимостью: пипетки 10, 25, 50 и 100 мл без делений, бюретка
25 мл.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 мл.
Капельница по ГОСТ 25336—82.
Трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиамин-тетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.
Гидроксилламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.
Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—77.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.
Магний сернокислый — фиксанал.
Хромогенчерный специальный ЕТ-00 (индикатор).
Хромтемно-синий кислотный (индикатор).
Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Дистиллированная вода, перегнанная дважды в стеклянном приборе, используется для разбавления проб воды.

3.2. Приготовление 0,05 н раствора трилона Б
9,31 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 л. Если раствор мутный, то его фильтруют. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев.

3.3. Приготовление буферного раствора
10 г хлористого аммония (NH_4Cl) растворяют в дистиллированной воде, добавляют 50 мл 25%-ного раствора аммиака и доводят до 500 мл дистиллированной водой. Во избежание потери аммиака раствор следует хранить в плотно закрытой склянке.

3.4. Приготовление индикаторов
0,5 индикатора растворяют в 20 мл буферного раствора и доводят до 100 мл этиловым спиртом. Раствор индикатора хромтемно-синего может сохраняться длительное время без изменения. Раствор индикатора хромогенчерного устойчив в течение 10 суток. Допускается пользоваться сухим индикатором. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г сухого хлористого натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

3.5. Приготовление раствора сернистого натрия

5 г сернистого натрия $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ или 3,7 г $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с резиновой пробкой.

3.6. Приготовление раствора солянокислого гидроксилamina

1 г солянокислого гидроксилamina $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят до 100 мл.

3.7. Приготовление 0,1 н раствора хлористого цинка

Точную навеску гранулированного цинка 3,269 г растворяют в 30 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1. Затем доводят объем в мерной колбе дистиллированной водой до 1 л. Получают точный 0,1 н раствор. Разведением этого раствора вдвое получают 0,05 н раствор. Если навеска неточная (больше или меньше, чем 3,269), то рассчитывают количество миллилитров исходного раствора цинка для приготовления точного 0,05 н раствора, который должен содержать 1,6345 г цинка в 1 л.

3.8. Приготовление 0,05 н раствора сернокислого магния

Раствор готовят из фиксаля, прилагаемого к набору реактивов для определения жесткости воды и рассчитанного на приготовление 1 л 0,01 н раствора. Для получения 0,05 н раствора содержимое ампулы растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 200 мл.

3.9. Установка поправочного коэффициента к нормальности раствора трилона Б

В коническую колбу вносят 10 мл 0,05 н раствора хлористого цинка или 10 мл 0,05 н раствора сернокислого магния и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл. Прибавляют 5 мл буферного раствора, 5—7 капель индикатора и титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке. Окраска должна быть синей с фиолетовым оттенком при прибавлении индикатора хромтемно-синего и синего с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора хромоген-черный.

Титрование следует проводить на фоне контрольной пробы, которой может быть слегка перетитрованная проба.

Поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{v},$$

где v — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, мл.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению общей жесткости воды мешают: медь, цинк, марганец и высокое содержание углекислых и двууглекислых со-

лей. Влияние мешающих веществ устраняется в ходе анализа.

Точность определения при титровании 100 мл пробы составляет 0,05 мг·экв/л.

В коническую колбу вносят 100 мл отфильтрованной испытуемой воды или меньший объем, разбавленный до 100 мл дистиллированной водой. При этом суммарное содержание ионов кальция и магния во взятом объеме воды не должно превышать 0,5 мг·экв. Затем прибавляют 5 мл буферного раствора, 5—7 капель индикатора или приблизительно 0,1 г сухой смеси индикатора хромоген-черного с сухим хлористым натрием и сразу же титруют при сильном взбалтывании 0,05 н раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке (окраска должна быть синей с зеленоватым оттенком).

Если на титрование было израсходовано больше 10 мл 0,05 н раствора трилона Б, то это указывает, что в отмеренном объеме воды суммарное содержание ионов кальция и магния больше 0,5 мг·экв. В таких случаях следует определение повторить, взяв меньший объем воды и разбавив его до 100 мл дистиллированной водой.

Нечеткое изменение окраски в эквивалентной точке указывает на присутствие меди и цинка. Для устранения влияния мешающих веществ к отмеренной для титрования пробе воды прибавляют 1—2 мл раствора сульфида натрия, после чего проводят испытание, как указано выше.

Если после прибавления к отмеренному объему воды буферного раствора и индикатора титруемый раствор постепенно обесцвечивается, приобретая серый цвет, что указывает на присутствие марганца, то в этом случае к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов следует прибавить пять капель 1%-ного раствора солянокислого гидроксиламина и далее определять жесткость, как указано выше.

Если титрование приобретает крайне затяжной характер с неустойчивой и нечеткой окраской в эквивалентной точке, что наблюдается при высокой щелочности воды, ее влияние устраняется прибавлением к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов 0,1 н раствора соляной кислоты в количестве, необходимом для нейтрализации щелочности воды, с последующим кипячением или продуванием раствора воздухом в течение 5 мин. После этого прибавляют буферный раствор, индикатор и далее определяют жесткость, как указано выше.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Общую жесткость воды (X) в мг·экв/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot 0,05 \cdot K \cdot 1000}{V},$$

где v — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;

V — объем воды, взятый для определения, мл.

Расхождение между повторными определениями не должно превышать 2 отн. %.

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 реактивом алюминон.

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном оранжево-красное труднорастворимое комплексное соединение. Реакция осуществляется при pH 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 реактивы:

фотоэлектроколориметр любой модели;

куветы 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 серноокислый 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, острожно при перемешивании добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в колбе с хорошо притертой 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 (pH=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; pH буферного раствора устанавливают потенциометрически и, при необходимости, доводят раствором гидроокиси натрия до pH 4,5.

3.5. Приготовление раствора гидроокиси натрия

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

3.6. Приготовление раствора алюминона
0,500 г алюминона растворяют в 250 мл дистиллированной воды. Раствор следует использовать только через неделю после приготовления. Раствор алюминона 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 $0,5 \text{ мг/дм}^3$ его влияние устраняется добавлением эквивалентного количества $0,01 \text{ н.}$ раствора серноватистокислого натрия.

Влияние фторидов массовой концентрацией более $0,3 \text{ мг/дм}^3$ и полифосфатов массовой концентрацией более $0,2 \text{ мг/дм}^3$ устраняется 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 ($40\text{--}60^\circ\text{C}$, 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 $0,5 \text{ мг/дм}^3$, то на анализ следует брать ~~25~~ 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 волны $525\text{--}540 \text{ нм}$ 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 реактивов.

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.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой
концентрации бериллияDrinking water. Method for determination
of berillium mass concentrationГОСТ
18294—81Взамен
ГОСТ 18294—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля
1981 г. № 2228 срок действия установлен

с 01.01.83

до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает флуориметрический метод определения массовой концентрации бериллия.

Метод основан на измерении интенсивности флуоресценции, полученной при взаимодействии бериллия с морином в щелочном растворе.

Чувствительность метода 0,00005 мг бериллия в 1 л воды при объеме пробы 1 л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481—80.

1.2. Объем пробы воды для определения массовой концентрации бериллия должен быть не менее 2 л.

1.3. Пробу воды консервируют путем добавления 3 мл концентрированной азотной кислоты плотностью 1,41 г/см³ (или соответствующее количество разбавленной кислоты) на 1 л воды.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для проведения анализа используют следующую аппаратуру, реактивы и материалы:

флуориметр ЭФ-ЗМА или другие аналогичные приборы с первичными светофильтрами, выделяющими линию спектра 366 нм (светофильтры СЭС-10, УФС-2 и др.) и вторичными светофильтрами, позволяющими обнаружить максимум флуоресценции с длиной волны 595 нм (светофильтры ЖС-17 и др.);

весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности;
электроплитку;
термостат;
сито с сеткой по ГОСТ 3584—73 с диаметром ячеек 0,1 мм;
воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82;
воронки Бюхнера по ГОСТ 9147—80;
колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 250, 1000 мл;
насосы водоструйные лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82;
пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, с делениями, вместимостью 1, 2, 5, 10 мл;
пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82, градуированные с пришлифованной пробкой;
стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50, 100 и 1000 мл;
цилиндры мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 250, 1000 мл;
мешалку магнитную;
чаши выпарительные по ГОСТ 9147—80;
фильтры беззольные «белая лента» диаметром 5, 7 и 11 см;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч. д. а.;
бериллий сернокислый;
железо хлорное по ГОСТ 4147—74, ч. д. а.;
кальций хлористый по ГОСТ 4161—77, кристаллический шестиводный;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
кислоту аскорбиновую пищевую;
кислоту борную по ГОСТ 9656—83, ч. д. а.;
кислоту лимонную моногидрат и безводную по ГОСТ 3652—69, ч. д. а.;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч. д. а.;
метилловый оранжевый по ГОСТ 10816—64;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;
натрий уксуснокислый 3-водный кристаллический по ГОСТ 199—78, ч. д. а.;
водорода перекись по ГОСТ 177—77, ч. д. а.;
силикагель технический КСК-2 по ГОСТ 3956—76;
спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67;
соль динатриевую этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, ч. д. а.;
морин;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
бумагу универсальную индикаторную.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 0,001 н. раствора серной кислоты

Раствор готовят из фиксанала 0,1 н. раствора серной кислоты.

3.2. Приготовление 1 н. раствора соляной кислоты

100 мл концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) приливают к 1 л дистиллированной воды. Устанавливают нормальность раствора и разбавляют дистиллированной водой до 1 н. концентрации по методике, утвержденной в установленном порядке.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты

Раствор готовят десятикратным разбавлением 1 н. раствора соляной кислоты или фиксанала.

3.4. Приготовление 1%-ного раствора аскорбиновой кислоты

1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 5%-ного раствора перекиси водорода

К 100 мл дистиллированной воды приливают 20 см³ 33%-ного раствора пергидроля.

3.6. Приготовление 5%-ного раствора аммиака

Раствор готовят разбавлением 25%-ного раствора аммиака в пять раз дистиллированной водой.

3.7. Приготовление 2 н. раствора гидроокиси натрия

80 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Нормальность проверяют 1 н. раствором соляной кислоты.

3.8. Приготовление рабочего раствора хлорного железа

24 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе или измерительном цилиндре вместимостью 250 мл в дистиллированной воде, подкисленной 10 мл раствора 1 н. соляной кислоты; 1 мл раствора содержит примерно 20 мг Fe.

3.9. Приготовление 0,4 н. раствора трилона Б

75 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Мутный раствор фильтруют.

3.10. Приготовление 5 н. раствора хлористого кальция

550 г $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л.

3.11. Приготовление 4 н. раствора уксуснокислого натрия

545 г $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Мутный раствор фильтруют.

3.12. Приготовление ацетатного буферного раствора (рН 6,0)

Смешивают 50 мл 4 н. раствора уксуснокислого натрия и 60 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты.

3.13. Приготовление боратного буферного раствора (рН=13,5).

28,6 г борной кислоты (H_3BO_3) и 96,0 г гидроокиси натрия растворяют последовательно в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л.

3.14. Приготовление комплексообразующего раствора

2,5 г лимонной кислоты и 5 г трилона Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют примерно в 80 мл дистиллированной воды. Если трилон Б не растворяется, прибавляют по каплям 2 н. раствор гидроокиси натрия до растворения трилона Б, объем доводят до 100 мл дистиллированной водой.

3.15. Приготовление 0,02%-ного спиртового раствора морина

0,020 г морина растворяют в 100 мл чистого этилового спирта. Раствор хранят в темном месте. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

3.16. Приготовление силикагеля

Употребляемый для анализа силикагель КСК-2 должен иметь размер частиц 0,1—0,01 мм и не содержать железа.

Крупный силикагель размалывают и просеивают через сито 0,1 мм. Прошедший через сито силикагель помещают в стеклянный или полиэтиленовый сосуд достаточной высоты (стакан, цилиндр) и заливают водой до высоты 25 см от уровня поверхности силикагеля. Содержание сосуда интенсивно взбалтывают и оставляют в покое. Через 20 мин взвесь декантируют и вновь заливают водой до высоты 25 см. Эту операцию повторяют до тех пор, пока сливаемая жидкость будет прозрачной (обычно бывает достаточно 3—4 сливаний). Оставшийся в сосуде силикагель будет иметь заданный размер зерен (0,1—0,01 мм). Затем силикагель очищают от железа обработкой горячим раствором 1 н. раствора соляной кислоты в течение 10—20 мин (на 100 г силикагеля берут 300—400 мл кислоты). Отфильтровывают силикагель при помощи водоструйного насоса и проверяют фильтрат на содержание окисного железа. При наличии железа обработку силикагеля кислотой повторяют до отрицательной реакции на железо (пользуются роданидным методом и др.).

и затем медленно снижается. На протяжении первого часа она уменьшается на 5—10%.

5. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

5.1. В ряд стаканов вместимостью по 1000 мл отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 мл рабочего стандартного раствора бериллия. Массовая концентрация бериллия в растворах соответственно будет равна 0,00; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40 мкг/л. В каждый стакан приливают 1 л дистиллированной воды, добавляют 3 мл концентрированной азотной кислоты и дальнейший ход анализа проводят по п. 4.1.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию бериллия в мкг, а по оси ординат — показания прибора. График должен иметь прямолинейный характер.

Холостые пробы могут обладать незначительной флуоресценцией, обусловленной чистотой реактивов.

Построение градуировочного графика проводят в день анализа проб.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую концентрацию бериллия (X) в анализируемой воде в мг/дм³ вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация бериллия, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем анализируемой воды, взятый для определения, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30% при массовой концентрации бериллия на уровне предельно допустимой концентрации.

Результаты округляют до двух значащих цифр при массовой концентрации бериллия более 0,0001 мг/дм³ и одной значащей цифры при концентрации менее 0,0001 мг/дм³.

Сходимость результата анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;
 P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания марганца

Drinking water.
Methods for determination
of Manganese contentГОСТ
4974-72Взамен
ГОСТ 4974-49

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 25 декабря 1972 г. № 2320 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок дей-
ствия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает колориметрические методы определения содержания
марганца.

Методы основаны на окислении соединений марганца до иона MnO_4^- . Окисление происходит в кислой среде персульфатом аммо-
ния или калия в присутствии серебра в качестве катализатора,
при этом появляется розовое окрашивание. Чувствительность ме-
тода составляет (объем исследуемой воды 500 мл) — 10 мкг/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481—80.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания марган-
ца не должен быть менее 1 л.1.3. В тех случаях, когда марганец не может быть определен
сразу же после отбора пробы, последняя консервируется добав-
лением 5 мл концентрированной азотной кислоты на 1 л пробы.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр; кюветы с $l=20-50$ мм.

Электроплитка.

Баня водяная.

Печь муфельная.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74, вместимостью: колбы мерные 50, 100 и 1000 мл, бюретка с краном 25 и 50 мл, пипетки 1 и 10 мл, с делениями 0,01 и 0,1 мл, цилиндры измерительные с плоским дном с отметкой на 100 мл; цилиндры измерительные 25 и 50 мл.

Чаши выпарительные диаметром 9 см.

Воронки стеклянные для фильтрования по ГОСТ 25336—82.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82.

Колбы плоскодонные вместимостью 500 и 250 мл по ГОСТ 1770—74.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Аммоний надсерноокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75.

Магний серноокислый по ГОСТ 4523—77.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77; 4%-ный раствор.

Марганец серноокислый по ГОСТ 435—77.

Кислота ортофосфорная 85%-ная по ГОСТ 14897—69.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Ртуть серноокислая окисная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА С ОТДЕЛЕНИЕМ ХЛОР-ИОНА СООБРАЗЖЕНИЕМ С ГИДРАТОМ ОКИСИ МАГНИЯ (Метод А)

3.1. Подготовка к анализу

3.1.1. *Приготовление стандартного раствора марганцовокислого калия*

9 мл точно 0,01 н. раствора KMnO_4 вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 0,01 мг Mn^{2+} .

3.1.2. *Приготовление основного стандартного раствора сернокислого марганца*

0,2748 г MnSO_4 , прокаленного при 500°C , растворяют примерно в 10 мл разбавленной (1:4) горячей серной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до 1 л. 1 мл раствора содержит 0,10 мг Mn .

3.1.3. *Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислого марганца*

Раствор готовят разбавлением 100 мл основного раствора до 1 л дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг Mn .

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.1.4. Приготовление 10%-ного раствора сернокислого магния

10 г $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 90 мл дистиллированной воды. Сернокислый магний, имеющийся в продаже, часто содержит примесь солей марганца, поэтому перед употреблением он должен быть проверен на чистоту. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 мл наливают 5 мл 10%-ного раствора сернокислого магния, около 10 мл дистиллированной воды, 10 мл 20%-ного раствора фосфорной кислоты, 1 мл 1%-ного раствора азотнокислого серебра, 0,2 г персульфата аммония или калия в кристаллах и выдерживают в кипящей водяной бане 5 мин. Раствор охлаждают и доливают дистиллированной водой до метки. Если раствор окрашен в розовый цвет, значит сернокислый магний загрязнен марганцем. В этом случае к 1 л 10%-ного раствора сернокислого магния добавляют на холоду 20 мл 1%-ного раствора щелочи по каплям при тщательном перемешивании раствора. Выпадающий осадок гидрата окиси магния адсорбирует марганец. Осадку дают осесть, а прозрачный раствор сифонируют или фильтруют.

3.1.5. Приготовление 20%-ного раствора ортофосфорной кислоты

20 г H_3PO_4 квалификации ч. д. а. растворяют в 80 мл дистиллированной воды.

3.2. Проведение анализа

К 500 мл исследуемой воды, не подкисленной при отборе пробы, добавляют 5 мл 4%-ного раствора едкого натра, перемешивают, добавляют 5 мл 10%-ного раствора сернокислого магния, опять перемешивают и оставляют. При этом осадок $\text{Mg}(\text{OH})_2$ оседает на дно стакана. (При определении к 50 мл воды добавляют 1 мл 4%-ного раствора едкого натра и 1 мл 10%-ного раствора сернокислого магния).

Если исследуемая вода была подкислена при отборе пробы, то перед определением марганца в исследуемой воде объемом 50 мл нейтрализуют кислоту 4%-ным раствором едкого натра из градуированной пипетки по фенолфталеину (1%-ный спиртовой раствор). Количество израсходованной щелочи пересчитывают на объем исследуемой воды и это количество добавляют в исследуемую воду перед началом определения. Затем проводят соосаждение марганца, как описано выше.

После отстаивания большую часть раствора над осадком сливают сифоном, а остаток отфильтровывают через неплотный фильтр. Осадок растворяют на фильтре в 10 мл 20%-ной ортофосфорной кислоты, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 мл.

Промывают фильтр два-три раза так, чтобы общий объем фильтрата и промывных вод в колбе составлял около 35 мл. Затем добавляют 10 мл 1%-ного раствора азотнокислого серебра и

перемешивают. При этом не должно наблюдаться сильного помутнения раствора вследствие образования хлорного серебра. К раствору добавляют около 0,3 г персульфата аммония или калия, нагревают до кипения и держат в водяной бане 5 мин. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до метки и сравнивают его окраску с образцовой стандартной шкалой или проводят измерение на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 530$ нм) в кюветах с толщиной рабочего слоя 20—50 мм.

При анализе исследуемой воды с большим содержанием ионов хлора осадок $Mg(OH)_2$ на фильтре промывают два-три раза дистиллированной водой и затем растворяют в ортофосфорной кислоте. Если после добавления азотнокислого серебра все же образуется белый осадок или помутнение от $AgCl$, то колб с раствором резко встряхивают до тех пор, пока осадок не соберется в комок и раствор не осветлится. В противном случае надо добавить еще 5 мл раствора азотнокислого серебра и снова проверить, имеется ли избыток иона серебра. После этого раствор отделяют от осадка фильтрованием через сухой фильтр в другую мерную колбу, осадок промывают 2—3 раза небольшим количеством дистиллированной воды и отбрасывают. К фильтрату с промывными водами добавляют 0,3 г персульфата аммония или калия и продолжают анализ, как описано выше.

3.2.1. Приготовление стандартной шкалы

В колбу вместимостью 50 мл вносят следующие количества стандартного раствора сернокислого марганца (1 мл раствора содержит 0,01 мг Mn^{2+}) 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0 мл.

Затем в каждую колбу добавляют до 10 мл 20%-ного раствора ортофосфорной кислоты, по 10 мл 1%-ного раствора азотнокислого серебра и около 0,3 г персульфата аммония или калия, затем добавляют дистиллированную воду до объема около 40 мл, нагревают до кипения и держат на водяной бане 10 мин. После охлаждения доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Получают стандартную шкалу с содержанием Mn^{2+} 0,0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,08; 0,1 мг.

Шкала неустойчива и на следующий день обесцвечивается, но ее можно восстанавливать. Для этого в каждую колбу добавляют по 0,2 г персульфата аммония или калия, нагревают до кипения и держат на водяной бане или не слишком горячей песчаной бане 10 мин.

Для приготовления стандартной шкалы с использованием стандартного раствора марганцовокислого калия в мерные колбы вместимостью 50 мл отбирают те же количества и той же концентрации марганца и объем доводится до 50 мл дистиллированной водой.

Оптическую плотность стандартных растворов измеряют на электрофотоколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda=530$ нм), используя кюветы с толщиной рабочего слоя 20—50 мм. По полученным данным строят калибровочный график, по которому определяют содержание Mn^{2+} .

3.3. Обработка результатов

Содержание марганца (X), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V},$$

где a — содержание Mn , найденное по стандартной шкале или калибровочному графику, мг;

V — объем исследуемой воды, взятый на определение, мл.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА С УДАЛЕНИЕМ ХЛОРИОНА ВЫПАРИВАНИЕМ С СЕРНОЙ КИСЛОТОЙ (Метод Б)

4.1. Подготовка к анализу

4.1.1. Приготовление стандартного раствора марганцовокислого калия

9 мл точно 0,01 н. раствора $KMnO_4$ вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 0,01 мг Mn^{2+} .

4.1.2. Приготовление 0,1 н. раствора азотнокислого серебра

17 г $AgNO_3$ растворяют в 1 л дистиллированной воды.

4.2. Проведение анализа

К 100—500 мл исследуемой воды в фарфоровой чаше прибавляют 5 мл серной кислоты (1:2) и выпаривают сначала на водяной бане, а затем на плитке для полного удаления кислоты.

Сухой остаток смачивают небольшим количеством дистиллированной воды, прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты, 10 мл горячей дистиллированной воды, 3 мл 0,1 н $AgNO_3$, 0,2 г персульфата аммония и нагревают раствор до тех пор, пока интенсивность окраски не перестанет увеличиваться.

После охлаждения раствора доводят его объем дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 50 мл до метки и сравнивают его окраску со стандартной шкалой или измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda=530$ нм). Содержание Mn^{2+} определяют по калибровочному графику так же, как в методе А. Подсчет результатов испытания проводят по п. 3.3.

При анализе воды с большим содержанием марганца применяют также способ колориметрического титрования. Для этого 50 мл исследуемой воды, содержащей MnO_4^- , переносят в стакан вместимостью 100 мл, а в другой стакан той же вместимости при-

бавляют дистиллированную воду в объеме, равном объему исследуемого раствора. Поставив оба стакана рядом на белую бумагу, приливают в стакан с дистиллированной водой из бюретки стандартный раствор перманганата калия, пока окраска в обоих стаканах не будет одинаковой. По объему израсходованного раствора перманганата калия вычисляют содержание марганца в исследуемой воде.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА С УДАЛЕНИЕМ ХЛОРИД-ИОНА ДОБАВЛЕНИЕМ СЕРНОКИСЛОЙ РТУТИ

[Метод В]

5.1. Подготовка к анализу

5.1.1. Приготовление основного стандартного раствора сернокислого марганца

0,2748 г MgSO_4 , прокаленного при 500°C , растворяют примерно в 10 мл разбавленной горячей серной кислоте (1:4) и доводят объем дистиллированной водой до 1 л. 1 мл раствора содержит 0,10 мг Мп.

5.1.2. Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислого марганца

Раствор готовят разбавлением 100 мл основного раствора до 1 л дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг Мп.

Раствор готовят в день проведения анализа.

5.1.3. Приготовление специального реактива

75 г сернокислой ртути (HgSO_4) растворяют в 400 мл концентрированной азотной кислоты (HNO_3) и 200 мл дистиллированной воды. Затем добавляют 200 мл 85%-ной ортофосфорной кислоты и 0,035 г азотнокислого серебра (AgNO_3). После охлаждения раствора объем его доводят до 1 л дистиллированной водой.

5.2. Проведение анализа

Влияние хлоридов устраняется, если в исследуемой воде их содержится не более 0,1 г.

К аликвотной части исследуемой воды добавляют 5 мл специального реактива и пробу концентрируют кипячением или разбавляют дистиллированной водой до 90 мл. Затем добавляют 1,0 г персульфата аммония и на электрической плитке доводят раствор до кипения и кипятят 1 мин. Снимают с плитки и через 1 мин быстро охлаждают под струей воды, разбавляют раствор дистиллированной водой до 100 мл, перемешивают.

Интенсивность окраски определяют визуально или фотометрически, пользуясь стандартной шкалой, приготовленной в тех же условиях, что исследуемая вода.

Для приготовления стандартной шкалы используется рабочий стандартный раствор сернокислого марганца. Образцовые растворы шкалы содержат от 0,005 до 0,1 мг марганца. Окраска шкалы

устойчива 24 ч. Оптическую плотность измеряют с зеленым свето-
фильтром ($\lambda = 530—525$ нм).

В качестве контрольной жидкости используется дистиллиро-
ванная вода.

5.3. Обработка результатов

Содержание марганца (X), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V},$$

где a — содержание марганца, найденное по стандартной шкале
или по калибровочному графику, мг;

V — объем исследуемой воды, взятой для определения, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями —
15 % отн.

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания меди

Drinking water. Methods for determination
of copper content

ГОСТ
4388—72

Взамен
ГОСТ 4388—48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. № 1855 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает колориметрические методы определения содержания
меди.

Определение содержания меди в питьевой воде производят:
при содержании меди в концентрации от 0,02 до 0,5 мг/л с ре-
активом диэтилдитиокарбаматом натрия;

при содержании меди в концентрации от 0,002 до 0,06 мг/л с
реактивом диэтилдитиокарбаматом свинца.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания меди должен быть не менее 250 мл.

1.3. Определение содержания меди выполняют в возможно короткий срок после отбора пробы. Если это невозможно, пробу консервируют добавлением 3 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, на 1 л воды.

2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ НАТРИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов двухвалентной меди с диэтилдителиокарбаматом натрия в слабоаммиачном растворе с образованием диэтилдителиокарбамата меди, окрашенного в желто-коричневый цвет. В разбавленных растворах диэтилдителиокарбамат меди образует коллоидные растворы, для большей устойчивости которых добавляют раствор крахмала. Для устранения мешающего влияния железа и жесткости воды добавляют раствор сегнетовой соли.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы
Фотоэлектроколориметр различных марок.

Кюветы с толщиной слоя 50 мм.

Баня песчаная.

Посуда мерная, лабораторная, стеклянная по ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки мерные 1—2 мл с делениями 0,01 мл и 5 мл с делениями 0,1 мл.

Цилиндры колориметрические стеклянные с отметкой на 50 мл.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 10 мл.

Стаканы стеклянные, лабораторные по ГОСТ 25336—82.

Капельницы стеклянные, лабораторные по ГОСТ 25336—82.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25 %-ный раствор.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Натрия N,N-диэтилдителиокарбамат по ГОСТ 8864—71.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,25 %-ный раствор.

Аммоний надсернистый (персульфат) по ГОСТ 20478—75.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Вода дистиллированная, не содержащая меди, перегнан-

ная дважды в стеклянном приборе, используется для приготовления растворов и разбавления проб воды.

2.3.2. Приготовление 0,1%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия

1 г диэтилдитиокарбамата натрия растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем раствора до 1 л дистиллированной водой. Хранят в склянке из темного стекла в темном месте.

2.3.3. Приготовление водного раствора аммиака

Раствор готовят разбавлением 25%-ного раствора аммиака дистиллированной водой в соотношении 1:4.

2.3.4. Приготовление раствора калия-натрия виннокислого (сегнетовой соли).

50 г сегнетовой соли $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 50 мл дистиллированной воды.

2.3.5. Приготовление основного стандартного раствора сернокислой меди

0,393 г сернокислой меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1 мл серной кислоты, разбавленной 1:5, и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,1 мг Cu^{2+} .

2.3.6. Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислой меди

Рабочий раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг Cu^{2+} . Применяют свежеприготовленный раствор.

2.3.7. Приготовление 5%-ного раствора надсернокислого аммония (персульфата)

5 г надсернокислого аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ растворяют в 95 мл дистиллированной воды.

2.4. Проведение анализа

При объеме исследуемой воды 50 мл медь можно определить в концентрации от 0,02 до 0,5 мг/л.

При большем содержании меди отбирают соответственно меньший объем воды.

В колориметрический цилиндр с отметкой на 50 мл отмеривают 50 мл исследуемой воды (при содержании меди более 0,5 мг/л объем исследуемой воды уменьшают и доводят его дистиллированной водой до 50 мл). Если вода не была подкислена при отборе пробы, то ее подкисляют 1—2 каплями соляной кислоты, разбавленной 1:1, затем последовательно прибавляют 1 мл раствора сегнетовой соли, 5 мл раствора аммиака, 1 мл раствора крахмала и 5 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание. Интенсивность полученной окраски измеряют визуально или фотометриче

ски, пользуясь шкалой стандартных растворов. Для приготовления шкалы стандартных растворов отбирают в цилиндры Несслера 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 мл рабочего стандартного раствора (содержание меди в стандартных растворах шкалы соответственно будет равно 0,02; 0,04; 0,1; 0,6 мг/л), разбавляют до 50 мл дистиллированной водой и обрабатывают так же, как исследуемую пробу. При визуальном определении сравнение окраски исследуемого раствора со шкалой стандартных растворов производят сверху на белом фоне (растворы шкалы устойчивы в течение 1 ч).

При фотометрическом колориметрировании используют синий светофильтр ($\lambda = 430$ нм) и кювету с толщиной рабочего слоя 50 мм. Из измеренной оптической плотности исследуемой пробы вычитают оптическую плотность контрольной пробы.

Для построения калибровочного графика используют оптические плотности окрашенных стандартных растворов, приготовленных для визуального определения. Из найденных величин вычитают оптическую плотность контрольной пробы. Строят график зависимости оптической плотности от концентрации меди в мг/л.

При цветности воды больше 20° ее обесцвечивают путем окисления персульфатом аммония; для этого к 50 мл исследуемой воды прибавляют 2,5 мл 5%-ного раствора персульфата аммония и 20—30 мл дистиллированной воды. Пробу кипятят до получения первоначального объема (50 мл) и далее проводят определение, как указано выше.

2.5. Обработка результатов

Содержание меди (X) в мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — концентрация меди, найденная по калибровочному графику или визуально по шкале стандартных растворов, мг/л;

V — объем пробы, взятый для определения, мл.

Расхождение между повторными определениями не должно превышать 25 отн. %.

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ С ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОМ СВИНЦА

3.1. Сущность метода

Метод основан на обменной реакции, происходящей в кислой среде (рН 1—2) между диэтилдитиокарбаматом свинца $[N(C_2H_5)_2CS_2]_2Pb$, растворенным в четыреххлористом углероде, и ионами меди. Карбамат меди окрашен в желтый цвет, а карбамат свинца бесцветен. При замещении свинца медью слой четыреххлористого углерода окрашивается в желтый цвет.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная, лабораторная, стеклянная по ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки мерные 100, 50 мл без делений, пипетки 10 мл с делениями 0,1 мл.

Пробирки колориметрические по ГОСТ 25336—82 диаметром 12 мм, вместимостью 5 мл, с пришлифованной пробкой.

Воронки делительные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 100—250 и 500 мл.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление основного стандартного раствора сернокислой меди

0,393 г сернокислой меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1 мл серной кислоты, разбавленной 1:5, и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, 1 мл раствора содержит 100 мкг Cu^{2+} .

3.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислой меди

Рабочий раствор готовят разбавлением основного раствора в 100 раз дистиллированной водой. 1 мл содержит 1 мкг Cu^{2+} . Применяют свежеприготовленный раствор.

3.3.3. Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца

0,1 г уксуснокислого свинца растворяют в 50—100 мл воды и добавляют 0,1 г растворенного в воде диэтилдитиокарбамата натрия. Образуется белый осадок диэтилдитиокарбамата свинца. Раствор с осадком переносят в делительную воронку, прибавляют 250 мл четыреххлористого углерода и взбалтывают. Осадок при этом растворяется в четыреххлористом углероде. Водный слой отбрасывают, а слой четыреххлористого углерода отфильтровывают через сухой фильтр в колбу вместимостью 500 мл и разбавляют четыреххлористым углеродом до метки. Реактив может храниться около 3 месяцев в темной склянке.

Дистиллированная вода, не содержащая меди, перегнанная в стеклянном приборе, используется для приготовления растворов и разбавлений проб.

3.4. Проведение анализа

Определению меди мешает только висмут, когда его содержание в воде превышает 30 мкг/л.

При объеме испытуемой воды 100 мл медь можно определить в количестве от 2 до 60 мкг/л Cu^{2+} . При большем содержании меди отбирают соответственно меньший объем воды.

100 мл исследуемой воды, подкисленной при отборе проб, нейтрализуют 2%-ным раствором аммиака по метиловому оранжевому. Если вода не была подкислена, ее нейтрализуют по метиловому оранжевому 0,1 н раствором соляной кислоты. Далее пробу переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 мл, прибавляют пять капель соляной кислоты, разбавленной 1:1, и из бюретки точно 1 мл раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде. Раствор энергично встряхивают в течение 2 мин. Работа проводится в вытяжном шкафу.

После разделения жидкостей сливают слой четыреххлористого углерода в колориметрическую пробирку с притертой пробкой и сравнивают со шкалой стандартных растворов, приготовленных в тех же условиях.

Для приготовления стандартных растворов отбирают: 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мл рабочего стандартного раствора, содержащего 1 мкг Cu^{2+} в 1 мл, разбавляют каждую порцию до 100 мл дистиллированной водой и обрабатывают так же, как пробу исследуемой воды.

Шкала состоит из серии стандартных растворов с содержанием 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мкг Cu^{2+} . Шкала стандартных растворов устойчива в течение 5—6 дней при условии хранения в темном прохладном месте. При колориметрировании рассматривают окрашенный слой исследуемого образца сбоку, ставя пробирки в компаратор.

Если окраска исследуемого образца ярче окраски шкалы стандартного раствора, соответствующей содержанию меди 6 мкг или 60 мкг/л, определение повторяют. При этом исследуемую пробу разбавляют дистиллированной водой, не содержащей меди.

3.5. Обработка результатов

Содержание меди (X) в мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V \cdot 1000} = \frac{C}{V},$$

где C — концентрация меди, найденная по шкале стандартных растворов, мкг;

1000 — коэффициент пересчета микрограммов в миллиграммы;

V — объем пробы, взятый для определения, мл;

1000 — коэффициент пересчета миллилитров в литры.

Расхождение между повторными определениями не должно превышать 25 отн. %.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации мышьяка

Drinking water.
Method of determination of arsenic mass
concentrationГОСТ
4152—81Взамен
ГОСТ 4152—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 мышьяка.

Метод основан на восстановлении всех форм мышьяка до летучего мышьяковистого водорода (арсина) металлическим цинком в присутствии йодистого калия и хлористого олова и взаимодействии образующегося арсина с диэтилдитиокарбаматом серебра, растворенным в хлороформе с *l*-эфедрином. Интенсивность окраски образующегося при этом красно-фиолетового соединения измеряется на фотоэлектроколориметре при длине волны 535—540 нм. Мешающее действие сероводорода и сульфидов устраняется поглощением их ватой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца.

Чувствительность метода составляет 0,01 мг/л мышьяка при объеме пробы 100 мл.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481—80.
- 1.2. Объем пробы воды для определения массовой концентрации мышьяка должен быть не менее 300 мл.
- 1.3. Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты (из расчета 3 мл на 1000 мл) и определение проводят не позднее, чем через трое суток.

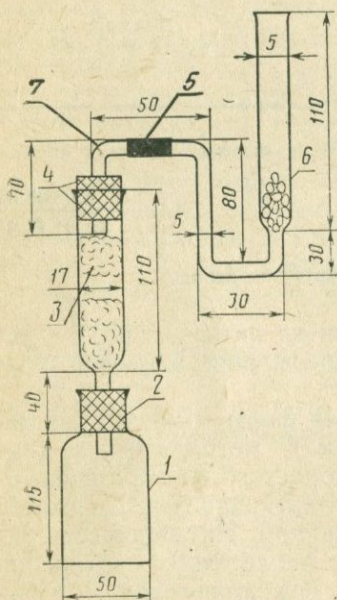
2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа используют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

фотоэлектроколориметр любой модели ($\lambda=530-540$ нм) или спектрофотометр любой модели;

прибор стеклянный для отгонки и определения мышьяка (см. чертеж).

Прибор состоит из реакционного сосуда 1 вместимостью 140—150 мл, в который помещают анализируемый раствор. В этот сосуд вставляют с помощью мягкой резиновой пробки 2 трубку 3, в которую помещают почти до верха пропитанную уксуснокислым свинцом вату для поглощения и отделения сероводорода и сульфидов. Трубку 3 соединяют с трубкой 6 (в которую наливают раствор для поглощения арсина) с помощью мягкой резиновой пробки 4, стеклянной трубки 7 и кусочка полиэтиленового шланга 5. Собранный целиком прибор необходимо проверить на герметичность, смачивая мыльной пеной места соединения частей прибора. В проверенном на герметичность приборе помечают все его детали и при работе прибор собирают только из этих подогнанных частей;



весы аналитические лабораторные по ГОСТ 24104—80, класс точности 1, 2;

пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 или 3 мл;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100, 250 и 1000 мл;

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 100 мл;

колбы с притертыми пробками, по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 мл;

цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 10, 25, 50 и 100 мл;

шарики стеклянные диаметром около 7—8 мм;

пробки резиновые № 16 и 19 по ГОСТ 7852—76;

ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973—77, ч. д. а.;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а.;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, ч. д. а. или х. ч.;
 кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. или х. ч.;
 натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, ч. д. а.;
 натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;
 олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, ч. д. а.;
 свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, ч. д. а.;
 хлороформ медицинский;
 цинк гранулированный (без мышьяка) по ГОСТ 989—75;
 эфедрин или хлористоводородный эфедрин (медицинский);
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
 вата аптечная;
 фильтр бумажный.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных растворов мышьяка

Основной стандартный раствор мышьяка готовят из мышьяковистого ангидрида (который представляет собой сильнодействующий яд. Работа с ним требует особой осторожности) по ГОСТ 4212—76. Раствор содержит 0,10 мг/см³ мышьяка. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде, срок хранения до одного года.

Рабочий стандартный раствор с содержанием 0,001 мг/см³ мышьяка готовят разбавлением в 100 раз основного стандартного раствора, для чего 1 мл основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.2. Приготовление раствора нитрата серебра

1,70 г нитрата серебра растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.3. Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата натрия

2,25 г соли растворяют в 100 мл дистиллированной воды (если раствор мутный, то его фильтруют через бумажный фильтр с синей лентой).

3.4. Приготовление диэтилдитиокарбамата серебра

К раствору диэтилдитиокарбамата натрия, приготовленному по п. 3.3, приливают медленно в течение 15 мин при энергичном перемешивании раствор нитрата серебра (п. 3.2). Выделившийся при этом осадок диэтилдитиокарбамата серебра отфильтровывают через бумажный фильтр, промывают два-три раза небольшими порциями дистиллированной воды и высушивают до постоянной массы на воздухе в темном месте. Полученную соль хранят в темном плотно закрытом сосуде.

3.5. Приготовление раствора для поглощения арсина

В 100 мл хлороформа растворяют 0,165 г эфедрина и затем растворяют в этом растворе 0,225 г диэтилдитиокарбамата серебра. Если раствор мутный, то его фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый хлороформом. Раствор хранят в колбе с плотно притертой пробкой в темном месте, срок хранения до 3 мес.

В тех случаях, когда отсутствует эфедрин, его можно получить в лабораторных условиях из медицинского 2—5%-ного раствора хлористоводородного эфедрина, для чего в делительную воронку вместимостью 150—200 мл помещают 10 мл 5%-ного раствора хлористоводородного эфедрина (или 17 мл 3%-ного раствора или же 25 мл 2%-ного раствора), добавляют приблизительно 1 н. раствор гидроокиси натрия до $\text{pH} \sim 11$ (устанавливают по универсальной индикаторной бумажке) и экстрагируют эфедрин 100 мл хлороформа в течение 10 мин. Затем отделяют хлороформный раствор и растворяют в нем 0,225 г диэтилдитиокарбамата серебра.

3.6. Приготовление раствора йодистого калия
15,0 г йодистого калия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения раствора около месяца.

3.7. Приготовление раствора хлорида олова
40,0 г 2-водного хлористого олова растворяют при нагревании в 100 мл концентрированной соляной кислоты. Срок хранения раствора до одного года.

3.8. Приготовление раствора уксуснокислого свинца

Растворяют 10,0 г трехводного уксуснокислого свинца в 100 мл дистиллированной воды. Этим раствором пропитывают аптечную вату, которую затем высушивают на воздухе и хранят в плотно закрытой банке. Срок хранения ваты до шести месяцев.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В реакционный сосуд 1 помещают 100 мл анализируемой воды, добавляют 15 мл концентрированной соляной кислоты, 6 мл раствора йодистого калия, затем 0,5 мл раствора двуххлористого олова, перемешивают и оставляют стоять в течение 15 мин (для восстановления всего мышьяка до трехвалентного состояния).

Далее тщательно соединяют все части прибора, положив в трубку 3 пропитанную уксуснокислым свинцом вату, а в трубку 6 помещают шесть-семь стеклянных шариков и наливают в нее 2 мл раствора для поглощения арсина. В реакционный сосуд 1 вносят

около 5 г гранулированного цинка, раствор перемешивают и тотчас же герметично соединяют все части прибора. Реакцию восстановления и поглощения арсина ведут в течение 60 мин, после чего разъединяют прибор и переносят раствор для поглощения арсина из трубки 6 через стеклянную воронку, задерживающую стеклянные шарики, в градуированную пробирку вместимостью 3—5 мл. Трубку 6, стеклянные шарики и воронку обмывают несколько раз небольшими ($\sim 0,1$ мл) порциями хлороформа, доводя конечный объем раствора в пробирке до 2 мл. Затем раствор переносят в кювету с толщиной слоя 5 мм (или 3 мм), закрывают кюветы крышками и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 535—540 нм относительно хлороформа. Количество мышьяка в пробе воды находят по градуировочному графику.

Работу обязательно проводить под тягой.

4.2. Построение градуировочного графика

В реакционные сосуды 1 помещают 0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 мкг мышьяка, приливают дистиллированную воду до объема 100 мл и далее обрабатывают пробы, как описано в п. 4.1.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от количества мышьяка, откладывая по оси абсцисс количество мышьяка в мкг, а по оси ординат разность значений оптической плотности растворов и оптической плотности холостого опыта.

Анализы повторяют еще один-два раза по тем же вышеуказанным концентрациям стандартных растворов.

Градуировочный график следует проверять по двум-трем точкам для каждой новой партии раствора для поглощения арсина.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% при массовой концентрации мышьяка на уровне предельно допустимой концентрации. Результат округляют до двух значащих цифр.

5.2. Сходимость результатов анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;
 P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания нитратов

Drinking water.
 Methods for determination
 of Nitrates Content

ГОСТ
18826—73

Взамен
 ГОСТ 4192—48
 в части нитратов

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
 от 25 мая 1973 г. № 1313 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения содержания нитратов.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82, ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания нитратов не должен быть менее 200 мл.

1.3. Пробу отбирают в день проведения определения или ее консервируют, добавляя на 1 л исследуемой воды 2—4 мл хлороформа или 1 мл концентрированной серной кислоты.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ФЕНОЛДИСУЛЬФОКИСЛОТОЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции между нитратами и фенолдисульфоновой кислотой с образованием нитропроизводных фенола, которые с щелочами образуют соединения, окрашенные в желтый цвет.

Чувствительность метода 0,1 мг/л нитратного азота.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр, баня водяная, электроплитка.

Посуда мерная, стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 50, 100, 500 и 1000 мл, пипетки 1—2 мл с делениями 0,01 и 5—10 мл с делениями на 0,1 мл, цилиндр измерительный 10 мл.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры колориметрические стеклянные вместимостью 50 или 100 мл.

Чашки фарфоровые выпарительные вместимостью 150—200 мл по ГОСТ 9147—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Квасцы алюмоаммонийные (алюминий — аммоний сернокислый) по ГОСТ 4238—77.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий — калий сернокислый) по ГОСТ 4329—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Фенол кристаллический по ГОСТ 6417—72.

Хлороформ (трихлорметан).

Серебро сернокислое.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Палочки стеклянные.

Все реактивы должны быть квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и не содержать примесей нитратов.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого калия*

0,7218 г азотнокислого калия, высушенного при $105 \pm 2^\circ \text{C}$ растворяют в мерной колбе в дистиллированной воде, доводят объем до 1 л и добавляют 1 мл хлороформа. 1 мл этого раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

2.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия*

50 мл основного раствора выпаривают досуха на водяной бане, затем к охлажденному сухому остатку добавляют 2 мл фенолдисульфоновой кислоты и тщательно растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Затем добавляют несколько миллилитров дистиллированной воды, количественно пе-

реносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 мл этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

2.3.3. Приготовление суспензии гидроокиси алюминия

125 г алюмоаммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ или алюмокалиевых квасцов $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 1 л дистиллированной воды. Затем раствор подогревают до 60°C и постепенно, при постоянном помешивании, добавляют 55 мл концентрированного раствора аммиака. После отстаивания в течение 1 ч осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией дистиллированной водой до отсутствия в промывной воде аммиака, хлоридов и нитратов.

2.3.4. Приготовление фенолдисульфокислоты

25 г кристаллического бесцветного фенола (если препарат окрашен, необходима его очистка перегонкой) растворяют в 150 мл концентрированной серной кислоты и нагревают в течение 6 ч на водяной бане в колбе с обратным холодильником. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

2.3.5. Приготовление раствора сернокислого серебра

4,40 г сернокислого серебра Ag_2SO_4 растворяют в дистиллированной воде и доводят в мерной колбе дистиллированной водой до 1 л. 1 мл раствора приблизительно эквивалентен 1 мг Cl^- . Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

2.3.6. Приготовление шкалы стандартных растворов

Для визуального определения в колориметрические цилиндры вместимостью по 50 мл вносят 0,0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5; 6,0; 10; 15; 20 и 30 мл рабочего раствора азотнокислого калия (1 мл — 0,01 мг N). Если используются цилиндры вместимостью по 100 мл, количество стандартного раствора удваивают, что соответствует содержанию нитратного азота в стандартных растворах шкалы от 0,1 до 6,0 мг/л нитратного азота. В каждый цилиндр добавляют по 2 мл фенолдисульфоновой кислоты и 5—6 мл щелочи (NH_4OH) до максимального развития окраски. Объем раствора в цилиндрах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Приготовленная стандартная шкала может сохраняться в течение нескольких недель без изменения окраски раствора.

При определении нитратов с помощью электрофотоколориметра для построения калибровочного графика используют эти же стандартные растворы. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром ($\lambda=480$ нм) в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных величин оптических плотностей вычитают оптическую плотность нулевой пробы. Полученные результаты наносят на график.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Определению мешают хлориды в концентрации более

10 мг/л. Их влияние устраняют в ходе анализа добавлением сернокислого серебра. При содержании нитритов более 0,7 мг/л получают завышенные результаты (обычно в питьевых водах нитриты в этих концентрациях не встречаются). Определению мешает цветность воды (более 20—25°). В этом случае к 150 мл исследуемой воды добавляют 3 мл суспензии гидроокиси алюминия, пробу тщательно перемешивают и после отстаивания в течение нескольких минут осадок отфильтровывают, первую порцию фильтрата отбрасывают. Для анализа отбирают 10 или 100 мл прозрачной воды или фильтрата (содержание нитратного азота в этом объеме не должно превышать 0,6 мг), добавляют раствор сернокислого серебра в количестве, эквивалентном содержанию хлориона в исследуемой пробе. Выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха (осадок хлорида серебра отфильтровывают в том случае, когда содержание Cl^- превышает 15 мг в определенном объеме). После охлаждения сухого остатка добавляют в чашку 2 мл раствора фенолдисульфоновой кислоты и тотчас растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Добавляют 20 мл дистиллированной воды и около 5—6 мл концентрированного раствора аммиака до максимального развития окраски. Окрашенный раствор переносят в колориметрический цилиндр вместимостью 100 или 50 мл и доводят дистиллированной водой до метки. Сравнение окраски исследуемой пробы производят визуальным методом, пользуясь шкалой стандартных растворов или фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность окрашенного раствора исследуемой пробы в тех же условиях, как при построении калибровочной кривой.

2.5. Обработка результатов

Содержание нитратов (X) в мг/л вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V},$$

где C — содержание нитратов, найденное по калибровочному графику или шкале стандартных растворов, мг/л;

V_1 — объем окрашенной пробы (100 или 50 мл);

V — объем пробы, взятый для анализа, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями 0,1 мг/л при содержании в воде нитратного азота до 5 мг/л, при более высоких концентрациях 0,5 мг/л.

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С САЛИЦИЛОВОКИСЛЫМ НАТРИЕМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции нитратов с салициловокислым натрием в присутствии серной кислоты с образованием соли нитросалициловой кислоты, окрашенной в желтый цвет.

Чувствительность метода 0,1 мг/л нитратного азота.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы
Фотоэлектроколориметр.

Баня водяная.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 50 и 100 мл, пипетки 1 и 10 мл с делениями, соответственно 0,01 и 0,1 мл; пробирки с отметкой на 10 мл с притертой пробкой.

Чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—80.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525—77.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий салициловокислый.

Палочки стеклянные.

Все реактивы должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.) и не содержать примесей нитратов.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого калия*

0,7218 г азотнокислого калия KNO_3 , х. ч., высушенного при $105 \pm 2^\circ \text{C}$, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 1 мл хлороформа и доводят объем до 1 л.

1 мл раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

3.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия*

10 мл основного раствора разбавляют в мерной колбе дистиллированной водой до 100 мл.

1 мл этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

Применяют свежеприготовленный раствор.

3.3.3. *Приготовление раствора виннокислого калия-натрия*

30 г калия-натрия виннокислого растворяют в 70 мл дистиллированной воды.

3.3.4. *Приготовление 0,5%-ного раствора салициловокислого натрия*

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

Применяют свежеприготовленный раствор.

3.3.5. *Приготовление 10 н. раствора едкого натра*

400 г едкого натра растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем до 1 л.

3.3.6. *Приготовление раствора сернокислого серебра*

Раствор готовят по п. 2.3.5.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Определению мешают цветность воды, влияние которой

устраняется так же, как и в методе с фенолдисульфокислотой; хлориды в концентрации, превышающей 200 мг/л, удаляют добавлением раствора сернокислого серебра к 100 мл исследуемой воды в количестве, эквивалентном содержанию хлор-иона. Осадок хлорида серебра отфильтровывают или отделяют центрифугированием; нитриты в концентрации 1—2 мг/л и железо в концентрации более 0,5 мг/л. Влияние железа может быть устранено добавлением 8—10 капель раствора калия-натрия виннокислого перед выпариванием воды в фарфоровой чашке.

10 мл исследуемой воды помещают в фарфоровую чашку. Прибавляют 1 мл раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток увлажняют 1 мл концентрированной серной кислоты, тщательно растирают его стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 5—10 мл дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл. Прибавляют 7 мл 10 н. раствора едкого натра, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В течение 10 мин после прибавления едкого натра окраска не изменяется. Сравнение интенсивности окраски исследуемой пробы производят фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность раствора с фиолетовым светофильтром в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных величин оптической плотности вычитают оптическую плотность нулевой пробы и по калибровочному графику находят содержание нитратов.

3.4.2. Построение калибровочного графика

Для приготовления стандартных растворов в колориметрические пробирки с отметкой на 10 мл отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 10 мл рабочего стандартного раствора азотнокислого калия (1 мл — 0,01 мг N) и доводят дистиллированной водой до отметки. Содержание нитратного азота в растворах соответственно будет равно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 10,0 мг/л. Затем растворы переносят в фарфоровые чашки, прибавляют по 1 мл раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают так же, как описано при анализе пробы исследуемой воды. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при помощи электрофотоколориметра, используя фиолетовый светофильтр и кюветы с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из полученных величин вычитают оптическую плотность нулевой пробы и результаты наносят на график.

3.5. Обработка результатов

Содержание нитратов (X) в мг/л вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот

$$X = C,$$

где C — содержание нитратов, найденное по графику, мг/л.

*нрч. ст. р. р. 0,1632 KNO₃ → 14 мл — 0,1 мг/мл NO₃
 фоб. р. р. разб. 10 раз мл = 0,01 мг/мл NO₃
 0,5 1,0 2,0 3,0*

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения общего железа

Drinking water.
Methods for determination
of total iron

**ГОСТ
4011-72***

Взамен
ГОСТ 4011-48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. № 1855 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок дей-
ствия продлен

до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает колориметрические методы определения массовой
концентрации общего железа.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 24481—80.
- 1.2. Объем пробы воды для определения массовой concentra-
ции железа должен быть не менее 200 см³.
- 1.3. Пробы воды, предназначенные для определения массовой
концентрации общего железа, не консервируются.

**2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА
С РОДАНИДОМ**

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии в сильноокислой среде окис-
ного железа и роданида с образованием окрашенного в красный
цвет комплексного соединения роданового железа. Интенсивность
окраски пропорциональна концентрации железа. Чувствительность
метода 0,05 мг/л Fe.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр различных марок.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 1000 мл.

Пипетки мерные без делений, вместимостью 5, 10, 25, 50 мл и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 см³, вместимостью 1, 2, 5 мл 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74.

Микробюретка.

Пробирки по ГОСТ 25336—82 диаметром 14—15 мм.

Стеклянные палочки.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77.

Аммоний надсерноокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75.

Аммоний роданистый (роданид) по СТ СЭВ 222—75 или калий роданистый по ГОСТ 4139—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 33%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. (Исключен — «Информ. указатель стандартов» № 11 1981 г.).

2.3.2. Перекристаллизация железоаммонийных квасцов

120 г железоаммонийных квасцов растворяют при нагревании в 100 мл дистиллированной воды, подкисленной 3—5 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и содержащей 1 мл перекиси водорода. После растворения квасцов раствор фильтруют и охлаждают при перемешивании. Если выпадение кристаллов задерживается, то прибавляют «затравку» в виде кристаллика чистых квасцов. Кристаллы отфильтровывают и сушат между листами фильтровальной бумаги. Кристаллы должны иметь аметистовый цвет. Хранят препарат в склянке с притертой пробкой.

2.3.3. Приготовление основного стандартного раствора железоаммонийных квасцов.

0,8836 г свежеперекристаллизованных железоаммонийных квасцов, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2-мл концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

1 мл раствора содержит 0,01 мг железа.

Срок и условия хранения раствора по ГОСТ 4212—76.

2.3.4. Приготовление рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

1 мл раствора содержит 0,01 мг железа.

2.3.5. Приготовление раствора роданистого аммония NH_4CNS и роданистого калия KCNS

50 г роданида, взвешенных с погрешностью не более 0,5 г, растворяют в 50 мл дистиллированной воды.

2.3.6. Приготовление раствора соляной кислоты плотностью 1,12 г/см³

К 65 мл дистиллированной воды приливают 100 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Качественное определение с приближенной количественной оценкой

В пробирку наливают 10 мл исследуемой воды, вносят две капли концентрированной соляной кислоты и несколько кристаллов персульфата аммония и 0,2 мл роданида аммония или калия. После внесения каждого реактива содержимое пробирки перемешивают. Приблизительно массовую концентрацию железа определяют в соответствии с таблицей.

Окрашивание при рассмотрении сбоку	Окрашивание при рассмотрении сверху, вниз	Массовая концентрация железа, мг/л
Окрашивания нет	Окрашивания нет	Менее 0,05
Едва заметное желтовато-розовое	Чрезвычайно слабое желтовато-розовое	0,1
Очень слабое желтовато-розовое	Слабое желтовато-розовое	0,25
Слабое желтовато-розовое	Светло-желтовато-розовое	0,5
Светло-желтовато-розовое	Желтовато-розовое	1,0
Сильное желтовато-розовое	Желтовато-красное	2,0
Светло-желтовато-красное	Ярко-красное	Более 2,0

По интенсивности полученного окрашивания судят о количестве содержащегося железа.

2.4.2. (Исключен — «Информ. указатель стандартов» № 11 1981 г.).

2.4.2.1. (Исключен — «Информ. указатель стандартов» № 11 1981 г.).

2.4.3. Количественное определение

В мерную колбу вместимостью 50 мл отбирают 50 мл тщательно перемешанной исследуемой воды или меньшим объемом, содержащей по качественной пробе не более 1,0 мг/дм³ железа и доводят объем до метки дистиллированной водой. Затем добав-

ляют 1 мл соляной кислоты (плотностью 1,12 г/см³), несколько кристаллов персульфата аммония, перемешивают и добавляют 1 мл роданида калия. После перемешивания сразу же измеряют оптическую плотность на ФЭКе, применяя сине-зеленый свето-фильтр ($\lambda=490-500$ нм) в кюветах с толщиной оптического-слоя 2, 3 или 5 см по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы.

Массовую концентрацию общего железа находят по калибровочному графику.

Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего стандартного раствора железозамонийных квасцов (в 1 мл 0,01 мг железа) и доводят дистиллированной водой до метки. Получают серию растворов с массовой концентрацией железа 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм³. К стандартным растворам и раствору сравнения прибавляют 1 мл соляной кислоты (плотностью 1,12 г/см³), несколько кристаллов персульфата аммония и перемешивают. Затем в раствор сравнения и стандартный раствор с массовой концентрацией железа 0,1 мг/дм³ прибавляют по 1 мл раствора роданида калия, содержимое перемешивают и сразу же измеряют оптическую плотность в тех же условиях, что и исследуемой воды. Затем добавляют роданид калия в следующий стандартный раствор и опять определяют оптическую плотность и т. д.

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа в мг/дм³, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

2.4.3.1. Обработка результатов

Массовую концентрацию общего железа (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — концентрация железа, найденная по калибровочному графику, мг/дм³;

V — объем пробы, взятый для определения, мл.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 25 %.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА С ОРТОФЕНАНТРОЛИНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции ортофенантролина с ионами двухвалентного железа в области рН 3—9 с образованием комплек-

ного соединения, окрашенного в оранжево-красный цвет. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации железа. Восстановления железа до двухвалентного проводится в кислой среде гидроксиламином. Окраска развивается быстро при pH 3,0—3,5 в присутствии избытка фенантролина и устойчива в течение нескольких дней. Прямое определение железа возможно при его массовой концентрации от 0,05 до 2 мг/дм³.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр различных марок.

Кюветы с толщиной рабочего слоя 2—5 см.

Плитка электрическая.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 и 1000 мл.

Пипетки мерные без делений, вместимостью 10, 25 и 50 мл и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 мл, вместимостью 1, 2 и 5 мл 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 мл.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ортофенантролин.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление раствора ортофенантролина

0,1 г моногидрата ортофенантролина ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 мл дистиллированной воды, подкисленной 2—3 каплями концентрированной соляной кислоты. Реактив сохраняют на холоде в темной склянке с притертой пробкой. 1 мл этого реактива связывает в комплекс 0,1 мг железа.

3.3.2. Приготовление 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина

10 г солянокислого гидроксиламина ($NH_2OH \cdot HCl$), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 мл.

3.3.3. Приготовление буферного раствора

250 г уксуснокислого аммония ($NH_4C_2H_3O_2$), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 150 мл дистиллированной воды. Добавляют 700 мл уксусной кислоты и доводят объем до 1 л дистиллированной водой.

3.3.4. Приготовление основного стандартного раствора железо-аммонийных квасцов

0,8636 г свежеперекристаллизованных железоаммонийных квасцов $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2 мл концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,1 мг железа.

Срок и условия хранения раствора по ГОСТ 4212—76.

3.3.5. Приготовление рабочего стандартного раствора железо-аммонийных квасцов

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 20 раз. 1 мл раствора содержит 0,005 мг железа.

3.4. Проведение анализа

Определению мешают цианиды, нитриты, полифосфаты; хром и цинк в концентрации, превышающей в 10 раз массовую концентрацию железа; кобальт и медь в концентрации более 5 мг/дм³ и никель в концентрации 2 мг/дм³. Предварительное кипячение воды с кислотой превращает полифосфаты в ортофосфаты, добавлением гидроксилamina устраняется мешающее влияние окислителей. Мешающее влияние меди уменьшается при pH 2,5—4.

При отсутствии полифосфатов исследуемую воду тщательно перемешивают и отбирают 25 мл (или меньший объем, содержащий не более 0,1 мг железа, разбавленный до 25 мл дистиллированной водой) в мерную колбу вместимостью 50 мл. Если при отборе пробы вода была подкислена, то ее нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака до pH 4—5, контролируя потенциометрически или по индикаторной бумаге. Затем добавляют 1 мл солянокислого раствора гидроксилamina, 5 мл ацетатного буферного раствора и 1 мл раствора ортофенантролина. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают; затем доводят объем до 50 мл дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 15—20 мин для полного развития окраски.

Окрашенный раствор фотометрируют при сине-зеленом свете-фильтре ($\lambda=490\text{—}500\text{ нм}$) в кюветах с толщиной оптического слоя 2, 3 или 5 см по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы.

Массовую концентрацию железа находят по калибровочному графику.

В присутствии полифосфатов 25 мл исследуемой пробы помещают в плоскодонную колбу, вместимостью 100—150 мл, прибавляют 1 мл концентрированной соляной кислоты, нагревают до кипения и упаривают до объема 15—20 мл. После охлаждения раствора его переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, добавляют дистиллированную воду до объема примерно 25 мл и

доводят 25%-ным раствором аммиака до pH 4—5, контролируя потенциометрически или по индикаторной бумаге.

Далее прибавляют реактивы и проводят анализ, как указано выше (при отсутствии полифосфатов).

Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора, содержащего в 1 мл 0,005 мг железа, доводят объем дистиллированной водой приблизительно до 25 мл и анализируют так же, как и исследуемую воду. Получают шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией железа 0,0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм³. Фотометрируют в тех же условиях, что и пробу. Строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию общего железа в мг/дм³, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

3.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию общего железа (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — концентрация железа, найденная по калибровочному графику, мг/дм³;

V — объем пробы, взятый для определения, мл.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 25%.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА С 2,2-ДИПИРИДИЛОМ

4.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов двухвалентного железа с 2,2-дипиридилем в области pH 3,5—8,5 с образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски пропорциональна массовой концентрации железа. Восстановление трехвалентного железа до двухвалентного проводится гидроксиламином. Окраска развивается быстро и устойчива в течение нескольких дней. Прямое определение железа возможно при его содержании от 0,05 до 2 мг/дм³.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Фотоэлектроколориметр любой марки.

Кюветы с толщиной оптического слоя 2—5 см.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 1000 мл.

Пипетки мерные без делений, вместимостью 25 мл и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 см³, вместимостью 1, 5 и 10 мл 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Гидроксилламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.

2,2-дипиридил (α, α' -дипиридил).

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации химически чистые (х.ч.) или чистые для анализа (ч.д.а.).

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление основного стандартного раствора железоаммонийных квасцов — по п. 3.3.4.

4.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов по п. 3.3.5.

4.3.3. Приготовление 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина по п. 3.3.2.

4.3.4. Приготовление ацетатного буферного раствора по п. 3.3.3.

4.3.5. Приготовление 0,1%-ного раствора 2,2-дипиридила. 0,1 г 2,2-дипиридила, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

4.4. Проведение анализа

Для определения массовой концентрации общего железа исследуемую воду тщательно перемешивают и отбирают 25 мл (или меньший объем, содержащий не более 0,1 мг железа) в мерную колбу вместимостью 50 мл. Прибавляют 1 мл раствора гидроксиламина солянокислого, 5,0 мл ацетатного буферного раствора, 5 мл раствора 2,2-дипиридила и доводят до метки дистиллированной водой. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Раствор оставляют на 15—20 мин для полного развития окраски. Окрашенный раствор фотометрируют, применяя зеленый светофильтр ($\lambda=540$ нм) и кюветы с толщиной оптического слоя 2—5 см, по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы.

Массовую концентрацию железа находят по калибровочному графику.

Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов. Добавляют дистиллированной воды до объема примерно 25 мл. Далее растворы проводят через весь ход анализа так же, как исследуемую воду. Получают шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией железа 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/дм³. Оптическую плотность измеряют в тех же условиях, что и пробы. Строят ка-

либровочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа в мг/дм³, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

4.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию общего железа вычисляют по п. 3.5.

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения
содержания остаточного активного хлора

Drinking water.
Methods for determination
of chlorine residual
content

ГОСТ
18190—72

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 октября 1972 г. № 1967 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определений содержания остаточного активного хлора.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49 и ГОСТ 2874—82.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания активного хлора не должен быть менее 500 мл.
- 1.3. Пробы воды не консервируют. Определение следует проводить немедленно после отбора пробы.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



2. ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении йодида активным хлором до йода, который титруют тиосульфатом натрия. Озон, нитриты, окись железа и другие соединения в кислом растворе выделяют йод из йодистого калия, поэтому пробы воды подкисляют буферным раствором с рН 4,5.

Иодометрический метод предназначен для анализа воды с содержанием активного хлора более 0,3 мг/л при объеме пробы 250 мл. Метод может быть рекомендован также для окрашенных и мутных вод.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 мл; пипетки без делений 5, 10, 25 мл; бюретка с краном 25, 50 мл; микробюретка 5 мл.

Колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 250 мл по ГОСТ 25336—82.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х.ч. в кристаллах.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Хлороформ (трихлорметан).

Кислота салициловая.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61—75.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия).

Все реактивы, используемые в анализе, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия*

25 г тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 0,2 г углекислого натрия (Na_2CO_3) и доводят объем до 1 л.

2.3.2. *Приготовление 0,01 н. раствора серноватистокислого натрия*

100 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят раствор до 1 л. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе более 1 мг/л.

2.3.3. *Приготовление 0,005 н. раствора серноватистокислого натрия*

50 мл 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят раствор до 1 л.

прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят раствор до 1 л. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе менее 1 мг/л.

2.3.4. *Приготовление 0,01 н раствора калия двуххромовокислого*
0,4904 г двуххромовокислого калия $K_2Cr_2O_7$, взвешенного с точностью до $\pm 0,0002$ г, перекристаллизованного и высушенного при $180^\circ C$ до постоянной массы, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л.

2.3.5. *Приготовление 0,5%-ного раствора крахмала*

0,5 г растворимого крахмала смешивают с небольшим объемом дистиллированной воды, приливают к 100 мл кипящей дистиллированной воды и кипятят несколько минут. После охлаждения консервируют, добавляя хлороформ или 0,1 г салициловой кислоты.

2.3.6. *Приготовление буферного раствора pH 4,5*

102 мл 1 М уксусной кислоты (60 г ледяной уксусной кислоты в 1 л воды) и 98 мл 1 М раствора уксуснокислого натрия (136,1 г уксуснокислого натрия $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ в 1 л воды) наливают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят до метки дистиллированной водой (предварительно прокипяченной и охлажденной до $20^\circ C$, свободной от двуокиси углерода).

2.3.7. *Поправочный коэффициент 0,01 н раствора серноватистокислого натрия* определяют по 0,01 н раствору двуххромовокислого калия следующим образом: в коническую колбу и с пришлифованной пробкой помещают 0,5 г йодистого калия, проверенного на отсутствие йода, растворяют в 2 мл дистиллированной воды, прибавляют 5 мл серной кислоты (1:4), затем 10 мл 0,01 н раствора двуххромовокислого калия, добавляют 80 мл дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 мин. Выделившийся йод титруют тиосульфатом натрия в присутствии 1 мл крахмала, прибавленного в конце титрования.

2.3.8. *Поправочный коэффициент (K) (0,01; 0,005 н растворов серноватистокислого натрия)* вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{v},$$

где v — количество серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование, мл.

2.4. *Проведение анализа*

В коническую колбу насыпают 0,5 г йодистого калия, растворяют его в 1—2 мл дистиллированной воды, затем добавляют буферный раствор в количестве, приблизительно равном полуторной величине щелочности анализируемой воды, после чего добавляют 250—500 мл анализируемой воды. Выделившийся йод оттитровывают 0,005 н раствором тиосульфата натрия из микробюретки до появления светло-желтой окраски, после чего прибавляют 1 мл

0,5%-ного раствора крахмала и раствор титруют до исчезновения синей окраски. При определении щелочности воду предварительно дехлорируют с помощью тиосульфата натрия в отдельной пробе.

При концентрации активного хлора менее 0,3 мг отбирают для титрования большие объемы воды.

2.5. Обработка результатов

Содержание суммарного остаточного хлора (X), мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot 0,177 \cdot 1000}{V},$$

где v — количество 0,005 н раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент нормальности раствора тиосульфата натрия;

0,177 — содержание активного хлора, соответствующее 1 мл 0,005 н раствора тиосульфата натрия;

V — объем пробы воды, взятый для анализа, мл.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ОСТАТОЧНОГО ХЛОРА ТИТРОВАНИЕМ МЕТИЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении свободным хлором метилового оранжевого, в отличие от хлораминов, окислительный потенциал которых недостаточен для разрушения метилового оранжевого.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 мл; микробюретка с краном 5 мл.

Капельница по ГОСТ 25336—82.

Чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147—80.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламино-азобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы, применяемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление 0,005%-ного раствора метилового оранжевого

50 мг метилового оранжевого растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе и доводят дистиллированной водой до 1 л. 1 мл этого раствора соответствует 0,0217 мг свободного хлора.

3.3.2. Приготовление 5 н раствора соляной кислоты

В мерную колбу наливают дистиллированную воду, затем мед-

ленно добавляют 400 мл соляной кислоты HCl и доводят дистиллированной водой до 1 л.

3.4. Проведение анализа

100 мл анализируемой воды помещают в фарфоровую чашку, добавляют 2—3 капли 5 н раствора соляной кислоты и, помешивая, быстро титруют раствором метилового оранжевого до появления исчезающей розовой окраски.

3.5. Обработка результатов

Содержание свободного остаточного хлора (X_1), мг/л, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,04 + (v \cdot 0,0217) \cdot 1000}{V},$$

где v — количество 0,005 %-ного раствора метилового оранжевого, израсходованное на титрование, мл;

0,0217 — титр раствора метилового оранжевого;

0,04 — эмпирический коэффициент;

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

По разности между содержанием суммарного остаточного хлора, определенного йодометрическим методом, и содержанием свободного остаточного хлора, определенного методом титрования, метилоранжевым, находят содержание хлораминового хлора (X_2)

$$X_2 = X - X_1.$$

4. МЕТОД РАЗДЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ХЛОРА, СВЯЗАННОГО МОНОХЛОРАМИНА И ДИХЛОРАМИНА ПО МЕТОДУ ПЕЙЛИНА

4.1. Сущность метода

Метод основан на способности разных видов хлора превращать в определенных условиях восстановленную бесцветную форму диэтилпарафенилендиамина в полуокисленную окрашенную форму, которую восстанавливают опять до бесцветной ионами двухвалентного железа. Используется серия титрований раствором соли Мора для определения свободного хлора, монохлорамина и дихлорамина в присутствии диэтилпарафенилендиамина, как индикатора. Свободный хлор образует окраску индикатора в отсутствии йодистого калия, монохлорамин дает окраску в присутствии очень маленьких количеств йодистого калия (2—3 мг), а дихлорамин образует окраску лишь в присутствии больших количеств KJ (около 1 г) и при стоянии раствора в течение 2 мин. По количеству раствора соли Мора, израсходованному на титрование, определяют содержание того вида активного хлора, за счет которого образуется окрашенная форма индикатора.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Посуда мерная, стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 мл; цилиндры мерные 5 и 100 мл; микробюретки 1 и 2 мл.

Колбы конические вместимостью 250 мл; склянки из темного стекла вместимостью 100—200 мл.

Двойная сернокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный безводный по ГОСТ 11773—76.

Трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Диэтилпарафенилендиамин оксалат или сульфат.

Все реактивы, применяемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление стандартного раствора соли Мора

1,106 г соли Мора $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде, подкисляют 1 мл 25%-ного раствора серной кислоты H_2SO_4 и доводят свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной водой до 1 л. 1 мл раствора соответствует 0,1 мг активного хлора. Если определение проводится в 100 мл воды, то количество миллилитров соли Мора, израсходованное на титрование, соответствует мг/л хлора, или монохлорамина или дихлорамина. Раствор устойчив в течение месяца. Хранить его следует в темном месте.

4.3.2. Приготовление фосфатного буферного раствора

К 2,4 г фосфорнокислого натрия двузамещенного Na_2HPO_4 и 4,6 г фосфорнокислого калия однозамещенного KH_2PO_4 приливают 10 мл 0,8%-ного раствора трилона Б и доводят дистиллированной водой до 100 мл.

4.3.3. Приготовление индикатора диэтилпарафенилендиамин (оксалат или сульфат) 0,1%-ного раствора

0,1 г диэтилпарафенилендиамина оксалата (или 0,15 г соли сульфата) растворяют в 100 мл дистиллированной воды с добавлением 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты. Раствор индикатора следует хранить в склянке из темного стекла.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Определение содержания свободного хлора

В коническую колбу для титрования помещают 5 мл фосфатного буферного раствора, 5 мл раствора индикатора диэтилпара-

фенилендиамин оксалата или сульфата и приливают 100 мл анализируемой воды, раствор перемешивают. В присутствии свободного хлора раствор окрашивается в розовый цвет, его быстро титруют из микробюретки стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски, энергично перемешивая. Расход соли Мора, пошедший на титрование (A , мл), соответствует содержанию свободного хлора, мг/л.

При наличии в анализируемой воде значительных количеств свободного хлора (более 4 мг/л) для анализа следует брать менее 100 мл воды, так как большие количества активного хлора могут разрушить полностью индикатор.

4.4.2. *Определение содержания монохлорамина*

В колбу с оттитрованным раствором добавляют кристаллик (2—3 мг) йодистого калия, раствор перемешивают. В присутствии монохлорамина мгновенно появляется розовая окраска, которую тотчас же оттитровывают стандартным раствором соли Мора. Количество миллилитров соли Мора, пошедших на титрование (B , мл), соответствует содержанию монохлорамина, мг/л.

4.4.3. *Определение содержания дихлорамина*

К оттитрованному раствору после определения содержания монохлорамина вновь добавляют около 1 г йодистого калия, перемешивают до растворения соли и оставляют раствор стоять в течение 2 мин. Появление розовой окраски свидетельствует о наличии в воде дихлорамина. Раствор титруют стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски. Расход соли Мора (C , мл) соответствует содержанию дихлорамина, мг/л.

4.5. **Обработка результатов**

Содержание суммарного остаточного активного хлора (X_3), мг/л, вычисляют по формуле

$$X_3 = A + B + C,$$

где A — содержание свободного хлора, мг/л;

B — содержание монохлорамина, мг/л;

C — содержание дихлорамина, мг/л.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания
остаточного озонаDrinking water.
Methods of determination
of ozone residual content.ГОСТ
18301-72

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 26 декабря 1972 г. № 2332 срок действия установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок дей-
ствия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает йодометрический метод определения содержания ос-
таточного озона. Определение основано на окислении озоном йо-
дида до йода, который титруют раствором серноватистокислого
натрия. Чувствительность метода 0,05 мг/л O_3 .

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания остаточ-
ного озона не должен быть менее 1 л.1.3. Пробы воды, предназначенные для определения остаточного
озона, не консервируют. Определение следует проводить сразу
же после отбора пробы. Устойчивость растворов остаточного
озона падает с повышением температуры и pH.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Промывалки для газа вместимостью 500 и 1000 мл.

Баллон с сжатым воздухом или азотом.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74
и ГОСТ 20292—74 вместимостью: цилиндры мерные 250 и 1000 мл;
пипетки 2—5 и 10 мл с делениями 0,1 мл; микробюретка 2 мл.

Колбы конические вместимостью 250 и 500 мл с притертыми пробками по ГОСТ 25336—82.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.

Натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75.

Кислота салициловая.

Хлороформ (реактив).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия. 25 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 л. Поправочный коэффициент раствора определяют по 0,1 н. раствору двуххромовокислого калия.

3.2. Приготовление рабочего стандартного 0,005 н. раствора серноватистокислого натрия.

50 мл 0,1 н. основного раствора вносят в литровую мерную колбу, разбавляют свежeproкипяченной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 л. 1 мл раствора содержит 0,120 мг озона. Титр раствора проверяют ежедневно по 0,005 н. раствору двуххромовокислого калия.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора двуххромовокислого калия. 4,937 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ перекристаллизованного и высушенного при 180°C вносят в литровую мерную колбу, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем до 1 л.

3.4. Приготовление 0,005 н. раствора двуххромовокислого калия. 50 мл 0,1 н. раствора вносят в литровую мерную колбу и разбавляют дистиллированной водой объем до 1 л.

3.5. Приготовление раствора йодистого калия. 20 г йодистого калия растворяют в свежеприготовленной и охлажденной дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Используют свежеприготовленный раствор.

3.6. Приготовление 1 н. раствора серной кислоты.

28 мл концентрированной H_2SO_4 осторожно, небольшими порциями, добавляют к 750 мл дистиллированной воды, охлаждают и доводят объем до 1 л.

3.7. Кислота серная, разбавленная 1:4 (по объему).

3.8. Приготовление 0,5%-ного раствора крахмала.

5 г растворимого крахмала смешивают с 50 мл холодной дистиллированной воды и приливают к 950 мл кипящей дистиллиро-

ванной воды. Раствор консервируют добавлением 1,25 г салициловой кислоты или 1—2 мл хлороформа.

3.9. Определение поправочного коэффициента раствора серноватистокислого натрия

В коническую колбу с притертой пробкой всыпают 0,5 г сухой соли йодистого калия, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды, прибавляют 5,0 мл разбавленного раствора серной кислоты (1:4) и 10 мл 0,1 н. или 0,005 н. раствора двуххромовокислого калия и 50 мл дистиллированной воды. Оставляют раствор стоять в темном месте в течение 6 мин. Затем титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия соответствующей нормальности в присутствии крахмала, прибавляемого под конец титрования.

Поправочный коэффициент (K) определяют по формуле

$$K = \frac{10}{a},$$

где a — количество серноватистокислого натрия, пошедшее на титрование.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 10 мл 2,0%-ного раствора йодистого калия, 20 мл 1,0 н. раствора серной кислоты и 200—250 мл исследуемой воды. Пользуясь микробюреткой, титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого натрия до соломенно-желтой окраски раствора, прибавляют 2 мл крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

При содержании нитритов, железа или других соединений, способных выделить йод из йодистого калия, вносят следующие изменения в методику определения содержания озона.

Из исследуемой воды, объемом 800 мл, отобранной в литровую промывалку для газа, вытесняют озон воздухом или азотом, пропуская его через пористую пластинку со скоростью 0,1—0,2 л/мин, в течение не менее 5 мин. Вытесняемый озон поглощается во второй промывалке, содержащей 400 мл раствора йодистого калия и соединенной с первой при помощи стеклянных или коротких пластмассовых трубок (резиновые трубки не следует применять).

После окончания вытеснения озона, содержащее второй промывалки переносят в колбу, добавляют 20 мл 1,0 н. раствора серной кислоты (рН около 2,0) и титруют раствором серноватистокислого натрия, как было описано выше. Параллельно с определением озона проводят холостой опыт на дистиллированной воде для обнаружения возможного загрязнения реактивов. Для этого к 200 мл дистиллированной воды добавляют 10 мл раствора йодистого калия, 20 мл раствора серной кислоты и 2 мл крахмала. При

появлении синей окраски титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержимое озона (X), мг/л, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - b) K \cdot H \cdot 24 \cdot 1000}{V},$$

где a — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование пробы, мл;

b — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование холостой пробы, мл;

K — поправочный коэффициент к нормальности раствора серноватистокислого натрия;

H — нормальность раствора серноватистокислого натрия;

24 — содержание озона, соответствующее 1 мл 1 н. раствора серноватистокислого натрия, мг;

V — объем пробы, взятый для определения, мл.

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания полифосфатов

Drinking water. Method for determination
of Polyphosphate content

ГОСТ
18309—72

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 декабря 1972 г. № 2356 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает колориметрический метод определения полифосфатов.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Метод основан на гидролизе полифосфатов в кислой среде, при котором они переходят в растворенные ортофосфаты, определяемые колориметрическим методом в виде фосфорномолибденового комплекса, окрашенного в синий цвет. В отдельной пробе определяют ортофосфаты, первоначально бывшие в воде, содержание которых вычитают из результата, полученного при определении полифосфатов. Чувствительность метода составляет — 0,01 мг/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания полифосфатов должен быть не менее 500 мл.
- 1.3. Пробы воды отбирают в хорошо выщелоченные склянки с притертыми пробками.
- 1.4. Если анализ в день отбора пробы не произведен, воду консервируют добавлением 2—4 мл хлороформа на 1 л воды.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр, кюветы с толщиной рабочего слоя 2—3 см.

Термостат с регулятором температуры.

Плитка электрическая.

Фильтр бумажный (синяя лента).

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74 вместимостью: колбы мерные 50, 100 и 1000 мл, пипетки мерные 1—2 мл с делениями 0,01 мл, 5—10 мл с делением 0,1 мл; пипетки мерные 5, 10, 20, 50 и 100 мл без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—77.

Кислота сульфаминовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вся посуда должна быть обработана горячей соляной кислотой и тщательно промыта дистиллированной водой.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.

0,7165 г K_2HPO_4 , х.ч. предварительно высушенного в термостате в течение 2 ч при 105°C, растворяют в мерной колбе вме-

стимостью 1000 мл дистиллированной водой и доводят объем раствора до метки, добавляют 2 мл хлороформа. 1 мл раствора содержит 0,5 мг PO_3^{3-} .

3.2. *Приготовление I рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.*

10 мл основного раствора доводят до 1 л дистиллированной водой, 1 мл раствора содержит 0,005 мг PO_3^{3-} .

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.3. *Приготовление II рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.*

50 мл I рабочего раствора доводят до 250 мл дистиллированной воды, 1 мл раствора содержит 0,001 мг PO_3^{3-} .

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.4. *Приготовление молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор)*

25 г $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 600 мл дистиллированной воды. К этому раствору осторожно, охлаждая, добавляют 337 мл концентрированной 98%-ной серной кислоты. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 л. Раствор хранят в бутылке из темного стекла с притертой пробкой. Пользоваться реактивом можно через 48 ч после приготовления.

3.5. *Приготовление молибденовокислого аммония (реактив II, слабокислый раствор)*

10 г $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 400 мл дистиллированной воды и добавляют 7 мл концентрированной 98%-ной серной кислоты. Раствор хранят в полиэтиленовой бутылке в темном месте. Устойчив около 3 месяцев. Пользоваться реактивом можно через 48 ч после приготовления.

3.6. *Приготовление 37%-ного раствора серной кислоты*

337 мл концентрированной 98%-ной серной кислоты осторожно смешивают, приливая небольшими порциями к 600 мл дистиллированной воды. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 л.

3.7. *Приготовление основного раствора двухлористого олова*

1,95 г кристаллического неветренного $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 50 мл 13,6%-ной соляной кислоты (18,4 мл 37%-ной HCl , не содержащей мышьяка, доводят до 50 мл дистиллированной водой). Суспензию тщательно перемешивают, хранят в склянке, покрытой внутри слоем парафина. Перед употреблением суспензию хорошо перемешивают. Суспензия может быть применена непосредственно после приготовления.

3.8. *Приготовление рабочего раствора двухлористого олова*

2,5 мл основного раствора (суспензия) доводят дистиллированной водой до 10 мл.

Необходимо применять свежеприготовленный раствор. Раствор устойчив около 4 ч.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению мешают железо при концентрации, превышающей 1 мг/л, растворимые силикаты более 25 мг/л, нитриты. Влияние железа и силикатов устраняется соответствующим разбавлением исследуемой воды. Влияние нитритов при концентрации до 25 мг/л устраняется добавлением к пробе 0,1 г сульфаминовой кислоты $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{OH}$, которая вносится до добавления к пробе молибденовокислого аммония.

4.2. Определение ортофосфатов

К 50 мл исследуемой воды (без разбавления можно определить не более 0,4 мг/л PO_4^{3-}), профильтрованной через плотный бумажный фильтр (синяя лента), вносят те же реактивы и в той же последовательности, что и в образцовые растворы. Оптическая плотность раствора определяется электрофотоколориметром. Концентрация ортофосфатов устанавливается по калибровочному графику.

4.3. Определение полифосфатов

К 100 мл исследуемой воды, профильтрованной через плотный бумажный фильтр, или к меньшему объему, доведенному до 100 мл дистиллированной водой, добавляют 2 мл 37%-ного раствора серной кислоты и кипятят 30 мин. Объем исследуемой воды поддерживают добавлением дистиллированной воды в пределах 50—90 мл. После охлаждения раствора переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем дистиллированной водой до метки. Добавляют 1 мл слабокислого раствора молибденовокислого раствора (реактив II), перемешивают и через 5 мин приливают 0,1 мл рабочего раствора двухлористого олова, затем снова перемешивают. Через 10—15 мин измеряют интенсивность окраски электрофотоколориметром.

4.4. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят пипеткой 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора фосфорнокислого калия (1 мл — 0,001 мг PO_4^{3-}) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержание полифосфатов в образцовых растворах будет соответственно равно: 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 мг PO_4^{3-} в 1 л воды. В каждую колбу добавляют точно 1 мл молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор), перемешивают и через 5 мин микропипеткой вносят 0,1 мл рабочего раствора двухлористого олова и перемешивают. Интенсивность окраски измеряют через 10—15 мин фотоэлектроколориметром, пользуясь красным светофильтром ($\lambda = 690—720$ нм) и кюветами с толщиной слоя 2—3 см. Из полученных величин оптических плотностей вычитают оптическую плотность контрольной пробы и результаты наносят на график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание неорганических растворенных ортофосфатов (X), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — содержание ортофосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/л;

50 — приведение объема исследуемой воды к 50 мл;

V — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

5.2. Содержание гидролизирующихся полифосфатов (X_1), мг/л, определяют по формуле

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot 100}{V} - X,$$

где C_1 — содержание полифосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/л;

100 — приведение объема исследуемой воды к 100 мл;

V — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями полифосфатов — 0,01 мг/л, если содержание их не превышает 0,07 мг/л, при более высоком их содержании — 15% отн.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания радия-226

Drinking water.
Methods of determination of Radij-226 Content**ГОСТ
18912-73**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 21 июня 1973 г. № 1529 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эманационный метод определения содержания радия-226. Метод основан на определении радия в количественном выделении радона из раствора, содержащего изотопы радия, и радиометрического измерения активности радона и продуктов его распада на лабораторном альфа-радиометре «Альфа-1».

Чувствительность метода — $5 \cdot 10^{-13}$ Ки/л.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания радия-226 должен быть не менее 1 л.

1.3. Для предупреждения соосаждения радиоизотопов на стенках станков пробу воды подкисляют азотной кислотой до кислотной реакции по метилоранжу.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Лабораторный альфа-радиометр «Альфа-1».

Печь муфельная с терморегулятором до 900°C.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Насос водоструйный.

Барботеры объемом 75 и 180 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 23932—79, ГОСТ 25336—82.

Колбы Фаворского стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250, 500, 1000 мл.

Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147—80.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Насос форвакуумный.

Манометр ртутный.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Метилловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Силикагель по ГОСТ 3956—76.

Известь натронная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 10 и 2%-ного растворов углекислого натрия. 10%-ный раствор: 10 г натрия углекислого безводного растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

2%-ный раствор: 2 г натрия углекислого безводного растворяют в 98 мл дистиллированной воды.

3.2. Калибровка прибора.

Калибровкой устанавливается соотношение между количеством радия в барботере и скоростью счета импульсов, вызываемых альфа-излучением переведенного в камеру радона и его дочерних продуктов. Калибровку производят с помощью эталонного раствора радия с содержанием $n \cdot 10^{-11}$ — $n \cdot 10^{-9}$ г радия. Порядок заполнения и измерения камер такой же, как при проведении измерений проб.

Калибровочную постоянную (K) прибора в K_i (имп) мин определяют по формуле

$$K = \frac{Q(1 - e^{-\lambda t})}{N - N_{\phi}},$$

где Q — количество радия в эталоне;

t — время накопления радона в барботере, с;

λ — константа распада радона;

N — скорость счета, имп/мин;

N_{ϕ} — скорость счета фона камеры, имп/мин.

Калибровочная постоянная для прибора «Альфа-1» находится в пределах $(3-5) \cdot 10^{-13}$ K_i (имп) мин.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В исследуемую пробу воды объемом не менее 1 л добавляют 100 мг раствора BaCl_2 и нагревают. После чего осаждают Ba (Ra)CO_3 10%-ным раствором углекислого натрия до полного осаждения. Отстоявшийся осадок фильтруют под вакуумом через бумажный фильтр «синяя лента», промывают 2%-ным раствором углекислого натрия и растворяют на фильтре горячим раствором соляной кислоты (1:1) в стакане объемом 250 мл. Полученный раствор помещают в барботер.

Барботер продувают и запаивают. Время и дату запайки записывают. Измерение радона производят через 7—12 суток в зависимости от содержания радия в пробе на альфа-радиометре «Альфа-1», в комплект которого входят 20 сцинтилляционных камер. Объем камеры 0,025 л. Перед наполнением камер измеряют их фон, который обычно составляет 1—2 имп/мин и повышается до 3—5 имп/мин в процессе их эксплуатации. Если фон камер превышает 5 имп/мин, камеру очищают.

После измерения фона камера поступает на откачку и заполнение радоном. Камера откачивается форвакуумным насосом до давления 10^{-1} — 10^{-2} мм рт. ст., которое контролируется вакууметром или ртутным манометром.

Камеру заполняют радоном с помощью следующих приемов.

Для барботеров объемом 75 мл и объемом раствора 40 мл. К верхней трубке камеры резиновым шлангом подсоединяют трубку-осушитель, заполненную наполовину силикагелем и наполовину натронной известью. К другому концу трубки-осушителя подсоединяют горизонтальный конец запаянного барботера. Конеч барботера, ведущий к камере, обламывают (под резиной) и медленно приоткрывают кран камеры. Когда давление в барботере и камере уравнивается, кран камеры закрывают, обламывают верхний конец барботера и вновь приоткрывают кран. Скорость тока воздуха устанавливается такой, чтобы можно было считать пузырьки, проходящие через раствор. Прохождение пузырьков длится до тех пор, пока давление в камере не сравняется с атмосферным. В общей сложности воздух пропускают 10—15 мин, после чего кран камеры закрывают, барботер отсоединяют и записывают время. Заполненную радоном камеру выдерживают 2,5—3 ч для установления радиоактивного равновесия между радоном и его дочерними продуктами. После чего камера поступает на измерение.

Для барботеров объемом 180 мл и объемом раствора 100 мл.

При анализе раствора объемом 100 мл в большом барботере перевод радона из барботера в камеру усложняется: перед введением радона запаянный барботер с раствором встряхивают в течение 20—30 с, после чего барботер подсоединяют к камере че-

рез осушитель. Когда в камере и барботере давление сравняется, кран камеры закрывают. На верхний конец барботера надевают короткую резиновую трубку с зажимом и у барботера отламывают верхний запаянный конец, затем осторожно вводят воздух и зажим закрывают. Не отсоединяя барботер от камеры, выпускают радон из барботера вплоть до выравнивания давления. После этого, закрыв кран камеры и открыв верхний зажим у барботера, все повторяют сначала.

Такое поочередное встряхивание и перевод радона в эманационную камеру и выпуск новой порции воздуха в барботер повторяют 4—6 раз. Затем, если в камере еще осталось разрежение, можно впустить в нее через барботер непрерывную струю воздуха до полного заполнения камеры. Вся операция перевода радона из барботера в эманационную камеру занимает 10—15 мин.

Продолжительность измерения радона определяется уровнем скорости счета в соответствии с таблицей.

Скорость счета, имп/мин	Продолжительность измерения, мин	
	Проба	Фон
До 30	20	10
30	10	10

После измерения эманационные камеры продуваются чистым воздухом. Продувание производится с помощью воздуходувки или форвакуумного насоса в течение нескольких часов.

Продуваемые камеры можно соединить последовательно по несколько штук, на вход последней камеры обязательно подсоединяется осушитель. Фон камер после продувания измеряют не ранее чем через 3—4 ч.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание радия (А) в Ки/л в воде определяют с точностью определения $\pm 30\%$ по формуле

$$A = \frac{K(N - N_{\text{ф}})}{(1 - e^{-\lambda t})V},$$

где K — калибровочная постоянная;

N — скорость счета пробы, имп/мин;

$N_{\text{ф}}$ — скорость счета фона камеры, имп/мин;

λ — константа распада радона;

t — время накопления радона в барботере, мин;

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания стронция-90

Drinking water. Methods of
determination of Stronzij ContentГОСТ
18913-73

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 21 июня 1973 г. № 1530 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает радиохимический метод определения содержания стронция-90, основанный на концентрировании стронция-90 из большого объема воды (~ 10 л) путем соосаждения с карбонатом кальция. Определение стронция-90 производится путем выделения и радиохимической очистки стронция-90, накопления и выделения дочернего изотопа иттрия-90 и измерения бета-активности иттрия-90. Определение химического выхода стронция производится трилонометрическим методом после отделения стронция от кальция экстрагированием нитрата кальция ацетоном.

Чувствительность метода — $5 \cdot 10^{-12}$ Ки/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания стронция-90 должен быть не менее 10 л.
- 1.3. Для предупреждения соосаждения радиоизотопов на стенках стаканов пробу воды подкисляют азотной кислотой до кислой реакции по метилоранжу.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Центрифуга лабораторная.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.

Установка малофоновая.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Печь муфельная с терморегулятором до 900°C.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Щипцы тигельные.

Шкаф сушильный.

Посуда мерная лабораторная стеклянная вместимостью: стаканы химические 100, 500, 1000 мл; колбы мерные 50, 100, 1000 мл; цилиндры мерные 10, 25, 50, 100 мл; пипетки мерные 1, 2, 5, 10 мл; бутылки 10, 20 л.

Стекля часовые.

Палочки стеклянные.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—74.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий едкий по ГОСТ 11078—78.

Известь натронная.

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429—74.

Лантан азотнокислый.

Церий азотнокислый.

Иттрий азотнокислый.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Кальций хлористый кристаллический.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Натрий хромовокислый.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Индикатор кислотный хром темно-синий (эриохром черный Т).
Этилендиамин -N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора кислотного хром темно-синего индикатора

0,5 г индикатора растворяют в 10 мл аммиачного буферного раствора, доводя объем смеси до 100 мл этиловым спиртом.

3.2. Приготовление аммиачного буферного раствора

54 г хлористого аммония растворяют в 350 мл концентрированного аммиака и разбавляют дистиллированной водой до 1 л.

3.3. Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б

9,3 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Титр раствора трилона Б устанавливается по титрованному раствору хлористого кальция.

3.4. Приготовление 0,05 н. раствора сульфата магния

6,16 г сульфата магния растворяют в 1 л дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 10%-ного раствора углекислого натрия

10 г углекислого натрия растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 0,5%-ного раствора хлорного железа

0,5 г безводного хлорного железа растворяют в 99,5 мл дистиллированной воды.

3.7. Приготовление аммиака, не содержащего карбоната аммония

В колбу вместимостью 1000 мл, снабженную холодильником, помещают 600—700 мл 25%-ного раствора аммиака, добавляют 10 мл 2%-ного раствора едкого натрия и закрывают колбу пробкой, в которую вставляют трубку с натронной известью. Смесь перемешивают и оставляют на 1—2 ч. В другой колбе упаривают 600—800 мл дистиллированной воды на 1/3 объема. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлены две трубки: одна длинная, другая короткая с натронной известью. Длинная трубка соединяется с холодильником первой колбы. Колба с аммиаком нагревается на водяной бане. Аммиак перегоняется, охлаждается в холодильнике и поглощается дистиллированной водой. Насыщение аммиаком ведется до первоначального объема.

3.8. Приготовление 6 н. раствора азотной кислоты

435 мл концентрированной азотной кислоты (плотность 1,38 г/см³) доводят дистиллированной водой до 1 л.

3.9. Приготовление 6 н. раствора уксусной кислоты

343 мл ледяной уксусной кислоты доводят дистиллированной водой до 1 л.

3.10. Приготовление 6 н. раствора уксуснокислого аммония

462 г уксуснокислого аммония растворяют в дистиллированной воде с таким расчетом, чтобы общий объем раствора составлял 1 л.

3.11. Приготовление 2 н. раствора азотной кислоты

К одному объему 6 н. раствора азотной кислоты добавляют два таких же объема дистиллированной воды.

3.12. Приготовление 5%-ного раствора серной кислоты

2,7 мл концентрированной серной кислоты (плотность 1,83 г/см³) растворяют в 97,3 мл дистиллированной воды.

3.13. Приготовление 1,5 н. раствора хромовокислого натрия

258 г хромовокислого натрия растворяют в дистиллированной воде с таким расчетом, чтобы общий объем раствора составлял 1 л.

3.14. Приготовление раствора хлористого кальция, 40 г/л по кальцию

219 г хлористого кальция растворяют в дистиллированной воде до 1 л.

3.15. Приготовление насыщенного раствора щавелевой кислоты

В 100 мл дистиллированной воды добавляют кристаллическую щавелевую кислоту до тех пор, пока она не перестанет растворяться. Аналогично готовят насыщенный раствор углекислого аммония.

3.16. Приготовление титрованного раствора азотнокислого стронция

6 г азотнокислого стронция помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 2 н. растворе азотной кислоты и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Затем в три стакана вместимостью 100 мл каждый отбирают по 1 мл приготовленного раствора, добавляют по 30 мл дистиллированной воды, по 5 мл 5%-ной серной кислоты и равные объемы этилового спирта. Тщательно перемешивая, стаканы оставляют на ночь. На другой день отфильтровывают SrSO₄ через фильтры «Синяя лента», высушивают на воронках в сушильном шкафу, помещают в фарфоровые тигли, прокаленные до постоянной массы, озолжают и прокаливают в муфельной печи при 800°С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе, прокаленные осадки взвешивают на аналитических весах и среднее из трех полученных результатов принимают за титр раствора носителя стронция.

Аналогично готовят титрованный раствор азотнокислого бария.

3.17. Приготовление титрованного раствора азотнокислого иттрия

6 г азотнокислого иттрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 2 н. растворе азотной кислоты и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Затем в три стакана вместимостью 100 мл каждый отбирают по 1 мл приготовленного раствора, добавляют по 30 мл дистиллированной воды, нагревают до 60—70°C, приливают по 10 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты и подщелачивают раствором аммиака до pH 1,5. После того, как осадки осядут на дно стаканов, проверяют полноту осаждения, приливая по каплям насыщенный раствор щавелевой кислоты. Через 4—5 ч осадки оксалатов иттрия отфильтровывают через фильтр «синяя лента», высушивают в сушильном шкафу, помещают в фарфоровые тигли, доведенные до постоянной массы, озоляют и прокаливают при 900—1000°C до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе, прокаленные осадки взвешивают на аналитических весах и среднее из трех полученных результатов принимают за титр раствора носителя иттрия.

Аналогично готовят растворы азотнокислого церия и лантана.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Выделение стронция-90

К 10 л исследуемой воды, в которую предварительно внесены 50 мг/мл (в пересчете на металл) азотнокислые растворы носителей стронция, бария, лантана и церия, добавляют раствор хлористого кальция из расчета 20 мг/л (по кальцию). Полученный раствор перемешивают, нагревают до 80°C и добавляют к нему 10%-ный раствор SrSO_4 из расчета 580 мг/л для осаждения карбоната кальция. Раствор с выпавшим осадком оставляют на 2—3 ч. После отстаивания раствор сливают, осадок растворяют в нескольких миллилитрах концентрированной азотной кислоты и разбавляют дистиллированной водой, примерно до 50—100 мл. Азотнокислый раствор переносят в стакан вместимостью 200—300 мл. К раствору нитратов стронция добавляют 10 мл 0,5%-ного раствора хлорного железа и после нагревания раствора до кипения осаждают гидроксид железа безугольным аммиаком. Осадок отделяют, промывают два-три раза слабым раствором аммиака и отбрасывают. Раствор и промывные воды нейтрализуют 6 н. раствором азотной кислоты, прибавляют 1 мл 6 н. раствора уксусной кислоты, 2 мл 6 н. раствора уксуснокислого аммония, нагревают до 70—80°C и добавляют 1—2 мл 1,5 н. раствора хромовокислого натрия, затем осаждают хромат бария. Осадок отделяют, промывают разбавленным раствором уксуснокислого аммония и отбрасывают*.

* Если пробы воды хранят более 5 мес. или если известно, что последние испытания ядерного оружия проведены не менее 5 мес. назад, то отделение бария проводить не следует.

К раствору, оставшемуся после осаждения хромата бария вновь прибавляют хлорное железо и операцию осаждения гидроокиси железа повторяют. После этого добавляют аммиак до пожелтения раствора и насыщенный раствор углекислого аммония до полноты осаждения карбоната стронция. Выпавший осадок оставляют на 2—3 ч, проверяют на полноту осаждения, центрифугируют, промывают водой, растворяют в концентрированной азотной кислоте и разбавляют дистиллированной водой до 50 мл. Затем объем азотнокислого раствора замеряют и отбирают 1 мл для определения химического выхода носителя стронция. После этого вносят 50 мг (в пересчете на металл) раствора носителя иттрия и оставляют на шесть дней для 75%-ного накопления иттрия-90. Затем осаждают гидроокись иттрия аммиаком, свободным от углекислого аммония, отмечают время отделения иттрия-90 от стронция-90. Осадок гидроокиси иттрия два-три раза промывают слабым раствором аммиака, подсушивают на фильтре, помещают во взвешенный тигель и прокаливают в муфельной печи при 900°С. Затем осадок взвешивают для определения химического выхода носителя иттрия-90, наносят на мишень и измеряют радиоактивность на малофоновой установке типа УМФ.

4.2. Определение выхода носителя стронция

1 мл азотнокислого раствора выпаривают досуха и высушивают в сушильном шкафу при 130—140°С в течение 1 ч. Высушенный остаток охлаждают в эксикаторе и добавляют 10 мл ацетона. Экстрагируют нитрат кальция ацетоном 1 ч, при периодическом перемешивании. Затем раствор отфильтровывают через небольшой фильтр, предварительно смоченный ацетоном, и промывают 5 мл ацетона. Осадок на фильтре растворяют в минимальном количестве горячей воды и раствор собирают в стакан. Далее к раствору добавляют одну каплю HNO_3 , высушивают и повторяют экстракцию ацетоном. Осадок нитрата стронция растворяют в горячей воде, добавляют 5 мл 0,05 н. раствора сернокислого магния, 2 мл аммиачного буферного раствора и 8—10 капель индикатора хром темно-синего. Раствор доводят водой до 100 мл и титруют 0,05 н. раствором трилона Б при интенсивном перемешивании до изменения цвета раствора от винно-красного до неизменяющегося синего с сиреневым оттенком.

Затем в аналогичных условиях титруют 5 мл 0,05 н. раствора сернокислого магния. Объем трилона Б, израсходованный на связывание ионов стронция, определяют по разности между двумя титрованиями. 1 мл 0,05 н. раствора трилона Б соответствует 2,19 мг стронция.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Активность стронция-90 (А) в Ки/л в воде определяют с точностью $\pm 20\%$ по формуле

$$A = \frac{(N - N_{\Phi}) \cdot K}{f_1 \cdot f_2 \cdot V \cdot P_1 \cdot P_2},$$

- где N — скорость счета выделенного препарата иттрия-90, имп/мин;
 N_{Φ} — скорость счета фона установки, имп/мин;
 K — коэффициент пересчета, Ки/имп/мин;
 f_1 — поправка на распад иттрия-90 за время, прошедшее с момента отделения иттрия-90 от стронция-90 до момента измерения активности;
 f_2 — поправка на неполноту накопления иттрия-90 в растворе стронция-90 (при $t_{\text{нак}}=6$ суток $f_2=0,75$);
 V — объем воды, взятый на анализ, л;
 P_1 — поправка на выход носителя стронция;
 P_2 — поправка на выход носителя иттрия.

Примечание. Определение коэффициента пересчета (K) производится с помощью эталонов, прилагаемых к установке.

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания свинца, цинка, серебра

Drinking water.
 Methods for determination
 of lead, zinc and silver content

ГОСТ
 18293—72

Взамен
 ГОСТ 4614—49
 и ГОСТ 4387—48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 декабря 1972 г. № 2320 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен

до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения содержания свинца, цинка и серебра.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания свинца не должен быть менее 1 л.

Пробы воды консервируют добавлением 3 мл концентрированной азотной кислоты (или 2 мл ледяной уксусной кислоты) на 1 л пробы.

1.3. Объем пробы воды для определения содержания цинка не должен быть менее 300 мл.

Пробы воды консервируют добавлением 3 мл очищенной соляной кислоты (1:1) на 1 л воды.

1.4. Объем пробы воды для определения содержания серебра не должен быть менее 500 мл. Ввиду возможности адсорбции серебра стенками бутылки, пробы рекомендуется отбирать в бутылки из пластика.

Пробы воды консервируют добавлением 5 мл азотной кислоты на 1 л пробы.

1.5. Объем пробы воды для определения содержания свинца и цинка из одной пробы полярографическим методом не должен быть менее 200 мл.

Пробы воды консервируют добавлением 5 мл соляной кислоты на 1 л пробы.

2. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПОДГОТОВКЕ ПОСУДЫ И РЕАКТИВОВ К КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДАМ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА, ЦИНКА И СЕРЕБРА

2.1. Очистка посуды

В посуду, чисто вымытую хромовой смесью, содой, соляной кислотой и промытую дистиллированной водой, наливают 5—10 мл 0,001%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде, встряхивают в течение 1 мин, дают постоять и окрашенный розовый раствор выливают. Операцию повторяют до тех пор, пока цвет раствора дитизона не перестанет изменяться. После этого посуду промывают чистым четыреххлористым углеродом и очищенной дистиллированной водой.

2.2. Очистка дистиллированной воды

Дистиллированную воду очищают повторной перегонкой в стеклянном аппарате, в котором холодильник с колбой соединяются при помощи шлифа. При использовании нового аппарата первые 2—3 л бидистиллята отбрасывают.

Бидистиллят проверяют на чистоту и, если потребуется, дополнительно очищают дитизоном следующим образом: в делительную воронку вместимостью 500 мл наливают 200—300 мл перегнанной воды, приливают 10—20 мл 0,001%-ного раствора дитизона в че-

тыреххлористом углероде и встряхивают в течение 2 мин. Экстракцию повторяют до тех пор, пока зеленый цвет дитизонового раствора не перестанет изменяться. Затем в очищенную воду приливают 10 мл четыреххлористого углерода и встряхивают для очистки от следов дитизона. Дистиллированную воду на чистоту проверяют проведением холостого опыта на тот ингредиент, для определения которого эта вода используется.

2.3. Очистка реактивов

Реактивы, используемые в анализе, должны быть квалификации ос. ч. При их отсутствии необходимо производить очистку реактивов.

2.3.1. Очистка кислот и аммиака

Соляная кислота. Соляную кислоту квалификации х. ч. или ч. д. а. (плотностью 1,19 г/см³) разбавляют очищенной дистиллированной водой (1:1) и перегоняют в стеклянном перегонном аппарате. Первые 100—200 мл отбрасывают. Получаемый дистиллят соляной кислоты имеет концентрацию примерно равную исходной (1:1).

Чистоту перегнанной соляной кислоты проверяют дитизоном. Для этого к 100 мл очищенной дистиллированной воды прибавляют 1 мл испытуемой соляной кислоты, нейтрализуют ее очищенным аммиаком по фенолфталеину, прибавляют 0,5 мл 0,001%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде и встряхивают в течение 1 мин. Окраска дитизона не должна изменяться. При изменении цвета дитизона кислоту перегоняют еще раз и вновь проверяют на чистоту.

Серная кислота. Концентрированную серную кислоту квалификации х. ч. и ч. д. а. (плотностью 1,83—1,84 г/см³) перегоняют в круглодонной реторте, покрытой асбестом, на электроплитке при температуре кипения 336°C. В реторту предварительно добавляют три-четыре капли 30%-ного пергидроля. Первые 50 мл кислоты отбрасывают. Полученный дистиллят серной кислоты имеет плотность 1,83 г/см³.

Азотная кислота. Концентрированную азотную кислоту квалификации ч. д. а. (плотностью 1,40 г/см³) перегоняют в стеклянном аппарате. Перегонка происходит при 86°C. Полученный дистиллят имеет плотность 1,38 г/см³.

Аммиак водный. Очищенную дистиллированную воду насыщают концентрированным аммиаком в плотно закрытом эксикаторе. Наливают 1 л 25%-ного аммиака на дно эксикатора и на вкладыш эксикатора ставят выпарительную чашку с 500 мл очищенной воды. Эксикатор закрывают на двое суток, полученный в чашке очищенный аммиак будет иметь концентрацию около 17%. Аммиак проверяют на чистоту дитизоном. Для этой цели берут 100 мл очищенной воды, в нее помещают 1 мл очищенного аммиака, добавляют 0,5 мл 0,001%-ного дитизона в четыреххлори-

стом углероде и экстрагируют. Дитизон должен иметь бледно-зеленый или желтый цвет, но не розовый.

2.3.2. Очистка органических растворителей

Все органические растворители перегоняют в вытяжном шкафу. Фракции четыреххлористого углерода и хлороформа, которые попадают в отходы, следует хранить под слоем воды.

Четыреххлористый углерод. Очищают обычной перегонкой в стеклянном аппарате с дефлегматором при 76°C на водяной бане.

Хлороформ. Очищают обычной перегонкой в стеклянном аппарате с дефлегматором при 61,2°C.

2.3.3. Очистка дитизона

1 г препарата, имеющегося в продаже, растворяют в 100 мл хлороформа, жидкость помещают в делительную воронку вместимостью 500 мл, добавляют 10 мл 3%-ного раствора аскорбиновой кислоты и 100 мл разбавленного аммиака (1:100). Встряхивают смесь в воронке в течение 2 мин, затем оставляют воронку в вертикальном положении до полного разделения слоев. Нижний хлороформенный слой сливают в другую делительную воронку, следя за тем, чтобы в оранжевом водном аммиачном растворе не осталось капелек хлороформа. Извлечение дитизона свежими порциями аммиачного раствора с аскорбиновой кислотой повторяют до тех пор, пока новые порции водноаммиачного раствора не будут окрашены в желтый цвет (для этого обычно требуется 5—6 извлечений).

Аммиачные экстракты, содержащие дитизон, собирают вместе в делительную воронку вместимостью 1 л и, осторожно помешивая, нейтрализуют соляной кислотой (1:1), пока дитизон не выпадет в виде темных хлопьев, а цвет раствора из оранжевого не перейдет в бледно-зеленоватый. Полученный дитизон отфильтровывают через бумажный фильтр, 2—3 раза промывают 1%-ным раствором аскорбиновой кислоты, собирая осадок струей из промывалки в нижнюю часть фильтра, и оставляют на воздухе до высушивания.

Сухой очищенный дитизон хранят в темной бюксе или пробирке с притертой пробкой. Все работы по очистке дитизона проводят в вытяжном шкафу.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА ПЛЮМБОНОВЫМ МЕТОДОМ (КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании (при pH 7,0—7,3) соединения свинца с сульфарсазеном (плюмбоном), окрашенного в желто-оранжевый цвет. Свинец предварительно экстрагируется дитизо-

ном в четыреххлористом углероде (при pH 9,2—9,6). Образовавшийся дитизонат свинца разрушается соляной кислотой. При этом ионы свинца переходят в водный раствор, в котором определяется свинец.

Чувствительность метода составляет (объем исследуемой воды 1000 мл) — 0,5 мкг.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр (ФЭК); кюветы с толщиной слоя 2 см.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Колба для перегонки по ГОСТ 25336—82.

Стеклоанный аппарат с дефлегматором для перегонки органических растворителей.

Баня водяная.

Фильтры беззольные (белая лента) диаметром 5; 7 см.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 100, 500, 1000 мл; пипетки 1,5 мл с делениями 0,01 и 0,1 мл; цилиндры измерительные 10, 25, 100, 500 и 1000 мл с притертыми пробками.

Пробирки колориметрические вместимостью 15 мл по ГОСТ 25336—82.

Воронки делительные 50, 250 мл по ГОСТ 25336—82.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Пробирки с притертыми пробками вместимостью 10 мл по ГОСТ 25336—82.

Пробирки с оттянутым концом.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—70.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Бумага конго.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280—76.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76.

Натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—76.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207—75.

Кальций хлористый кристаллический.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота аскорбиновая.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Феноловый красный (фенолсульфопфталеин) по ГОСТ 4599—73.

Хлороформ (трихлорметан).

Сульфарсазен (плюмбон).

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление основного стандартного раствора азотно-кислого свинца

0,160 г $Pb(NO_3)_2$ х. ч., высушенного до постоянной массы при 100—105°C, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 0,5 мл азотной кислоты (1:5), и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. 1 мл этого раствора содержит 100 мкг Pb^{2+} .

3.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотно-кислого свинца

Раствор готовится в день определения разбавлением основного раствора 1:100.

В мерную колбу вместимостью 100 мл вносят 1 мл основного стандартного раствора $Pb(NO_3)_2$ и доводят до метки 0,05 н раствором соляной кислоты. 1 мл этого раствора содержит 1 мкг Pb^{2+} .

3.3.3. Приготовление 3%-ного раствора аскорбиновой кислоты
3 г аскорбиновой кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 мл. Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.3.4. Приготовление 20%-ного раствора солянокислого гидроксиламина

20 г солянокислого гидроксиламина растворяют в 50 мл дистиллированной воды. Прибавляют 3—4 капли 0,1%-ного раствора фенолового красного и очищенного аммиака до появления розовой окраски. Очищают от свинца взбалтыванием раствора в делительной воронке с порциями по 10 мл 0,01%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде до тех пор, пока зеленая окраска не перестанет изменяться. Избыток дитизона удаляют встряхиванием раствора с чистым четыреххлористым углеродом (порциями по 10 мл) до тех пор, пока четыреххлористый углерод не будет бесцветным. После этого к раствору гидроксиламина прибавляют очищенную соляную кислоту (1:1) до появления желтой окраски и доводят объем раствора очищенной дистиллированной водой до 100 мл.

3.3.5. Приготовление 0,01%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде

Навеску 0,050 г очищенного дитизона растворяют в очищенном четыреххлористом углероде в мерной колбе вместимостью 500 мл. После растворения дитизона раствор в колбе доводят четыреххлористым углеродом до метки.

3.3.6. Приготовление 10 и 1%-ного раствора железистосинеродистого калия

10 г $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ растворяют в 90 мл очищенной дистиллированной воды. 1%-ный раствор готовят разведением 10%-но-

го раствора в 10 раз. Необходимо применять свежеприготовленные растворы.

3.3.7. Приготовление 1 н раствора хлористого кальция

110 г $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ х. ч. или ч. д. а. растворяют в очищенной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем водой до метки.

3.3.8. Приготовление 25%-ного раствора едкого натра

25 г NaOH растворяют в 75 мл очищенной дистиллированной воды.

3.3.9. Приготовление 1 н раствора углекислого натрия

53 г Na_2CO_3 или 143 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ х. ч. растворяют в очищенной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем до метки.

3.3.10. Приготовление 0,05 М раствора тетраборнокислого натрия (бура)

19,07 г перекристаллизованной буры $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве очищенной дистиллированной воды и доводят объем до метки.

3.3.11. Приготовление 33%-ного раствора виннокислого калия-натрия

50 г виннокислого калия-натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Для удаления свинца раствор взбалтывают в делительной воронке, с порциями по 10 мл 0,01%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде до тех пор, пока зеленая окраска дитизона не перестанет изменяться. Избыток дитизона удаляют встряхиванием раствора с чистым четыреххлористым углеродом (порциями по 10 мл) до тех пор, пока четыреххлористый углерод не станет бесцветным.

3.3.12. Приготовление 0,05%-ного раствора сульфарсазена (плюмбон).

0,05 г сульфарсазена растворяют в 20 мл 0,05 М раствора тетраборнокислого натрия (буры) в колбе вместимостью 100 мл и доводят тем же раствором до метки.

3.3.13. Приготовление 0,05 н раствора соляной кислоты

Готовят из фиксанала на очищенной дистиллированной воде.

3.3.14. Приготовление 2 н раствора соляной кислоты

Раствор готовят из очищенной соляной кислоты (1:1) на очищенной дистиллированной воде или из фиксанала. Отсутствие свинца в соляной кислоте проверяют с дитизоном по п. 2.3.1.

3.3.15. Приготовление 33%-ного раствора лимоннокислого натрия

50 г лимоннокислого натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды, добавляют 3—4 капли 0,1%-ного раствора фенолового красного и по каплям очищенный аммиак до появления розовой окраски. Полученный раствор очищают от свинца взбалтыванием в делительной воронке с 0,01%-ным раствором дитизона

в четыреххлористом углероде, порциями по 10 мл, пока цвет дитизона не перестанет изменяться. Избыток дитизона удаляют встряхиванием раствора с чистым четыреххлористым углеродом порциями по 10 мл, до тех пор, пока четыреххлористый углерод не станет бесцветным.

3.3.16. *Приготовление 0,1%-ного раствора фенолового красного* 0,1 г реактива растворяют в 100 мл 20%-ного раствора спирта.

3.4. Проведение анализа

Определению свинца мешают: марганец, цинк, никель, железо, медь, кадмий, кобальт и молибден. Для устранения влияния мешающих элементов (Mn^{4+} , Fe^{3+} , Mo) введена предварительная экстракция свинца дитизоном в присутствии солянокислого гидроксилamina. Реэкстракция свинца 0,05 н раствором HCl устраняет влияние меди, кадмия, кобальта и никеля. Влияние цинка устраняется комплексованием его железосинеродистым калием. Для предупреждения выпадения гидратов окисей металлов прибавляют виннокислый калий-натрий.

При содержании в воде цинка менее 0,5 мг/л 100 мл исследуемой воды помещают в делительную воронку вместимостью 150—200 мл, прибавляют 1 мл 20%-ного раствора солянокислого гидроксилamina, 1 мл 33%-ного раствора виннокислого калия-натрия (при больших содержаниях кальция и магния количество виннокислого калия-натрия увеличивают до 5 мл) и 5 мл 33%-ного раствора лимоннокислого натрия. Содержимое воронки перемешивают, прибавляют 2—3 капли 0,1%-ного раствора фенолового красного и по каплям очищенный концентрированный аммиак до перехода окраски раствора из желтой в розовую, затем добавляют еще две капли избытка аммиака. Из бюретки прибавляют 1—2 мл 0,01%-ного раствора дитизона в очищенном четыреххлористом углероде. Энергично встряхивают содержимое воронки 2 мин. Окраска раствора при этом изменяется от зеленой до красной. После разделения жидкостей нижний окрашенный слой, содержащий дитизонаты свинца и других металлов (вместе со свинцом могут экстрагироваться медь, марганец, никель, остатки цинка и другие), сливают в пробирку с притертой пробкой, а к водному раствору, оставшемуся в делительной воронке, приливают еще 1—2 мл раствора дитизона, снова встряхивают 2 мин и после разделения жидкостей сливают экстракт дитизоната в ту же пробирку. Эту операцию повторяют до тех пор, пока окраска раствора дитизона не перестанет изменяться. Необходимо следить, чтобы вместе с экстрактом дитизоната свинца не был спущен водный раствор. Если все же немного водного раствора попадет в пробирку, то его надо осторожно удалить фильтровальной бумагой, не затрагивая слоя органического растворителя. Экстракт дитизоната свинца переносят из пробирки в делительную воронку вместимостью 50 мл. Прибавляют 3 мл 0,05 н раствора соляной кислоты

и энергично встряхивают 2 мин. При этом свинец переходит в водную фазу. После разделения жидкостей нижний слой сливают из делительной воронки в ту же пробирку, а солянокислый раствор свинца сливают в другую пробирку с оттянутым дном для удаления мелких капелек раствора дитизона в очищенном четыреххлористом углероде. Органическую фазу, содержащую дитизонат свинца, вновь помещают в делительную воронку и прибавляют 3 мл 0,05 н раствора соляной кислоты. Энергично встряхивают 2 мин. После разделения жидкостей нижний слой сливают в склянку для сбора отходов, а солянокислый раствор свинца присоединяют к первой порции в ту же пробирку. Объединенному раствору в пробирке дают постоять 5—10 мин, время от времени встряхивая для быстрого оседания капелек очищенного четыреххлористого углерода на дно пробирки. Затем отбирают пипеткой с резиновой грушей 5 мл раствора свинца и помещают в пробирку вместимостью 15 мл для колориметрирования, вводят 0,2 мл свежеприготовленного раствора железосинеродистого калия, 4,5 мл 0,05 н раствора тетраборнокислого натрия и перемешивают. Затем добавляют 0,5 мл 0,05%-ного раствора плюмбона и вновь тщательно перемешивают содержимое пробирки. Полученный раствор оставляют на 30 мин для развития окраски. Интенсивность окраски измеряют визуальным или фотометрическим путем, пользуясь шкалой стандартных растворов, приготовленной в тех же условиях, что и исследуемая проба воды.

Измерение оптической плотности проводят зеленым светофильтром ($\lambda = 515$ нм), используя кювету с толщиной рабочего слоя 2 см. Из найденных величин оптической плотности каждого раствора вычитают оптическую плотность холостого определения.

При визуальном определении интенсивность окраски рассматривают сверху вниз на белом фоне.

Стандартную шкалу готовят из серии образцовых стандартных растворов с содержанием свинца 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мкг. В делительные воронки наливают по 50 мл очищенной диетилированной воды, добавляют стандартные растворы, соответственно содержанию свинца в образцах стандартных растворов, подкисляют одной каплей HCl (1:1), добавляют те же реактивы, что и к исследуемой воде (гидроксиламин и др.), проводят экстракцию дитизоном и реэкстракцию свинца раствором HCl. Переносят солянокислый раствор свинца в пробирки и прибавляют реактивы для колориметрирования. Стандартная шкала сохраняется в течение суток.

При содержании цинка более 0,5 мг/л в исследуемой воде свинец определяют с предварительным выделением свинца из исследуемого раствора путем осаждения его с карбонатом кальция.

Для этого 1000 мл подкисленной исследуемой воды помещают в мерную колбу вместимостью 1 л. Вводят 3 мл 10%-ного раствора

железистосинеродистого калия, дают 10 мин постоять, нейтрализуют 25%-ным раствором едкого натрия по бумаге конго до перехода фиолетового цвета в красный и хорошо перемешивают воду после каждого добавления щелочи.

В нейтрализованную воду добавляют при помощи измерительного цилиндра 10 мл 1 н раствора углекислого натрия и перемешивают, добавляют 10 мл 1 н раствора хлористого кальция, еще раз перемешивают и оставляют стоять в течение 12—18 ч. Иногда осадок углекислого кальция выпадает не сразу. Если осадок не выпадает в течение 30 мин, следует добавить еще 10 мл раствора углекислого натрия, перемешать и оставить стоять 12—18 ч. После отстаивания осадок карбоната обычно плотно пристает ко дну и стенкам колбы. На следующий день после осаждения раствор сливают при помощи сифона, следя за тем, чтобы не взмутить осадок. Если осадок не плотно пристал к стенкам и раствор не удастся целиком отсифонировать, остаток раствора отфильтровывают через фильтр (белая лента диаметром 5,7 см). Фильтры готовят заранее. Для этого обрабатывают пачку фильтров 2 н раствором соляной кислоты, затем тщательно промывают дистиллированной водой и сушат. Осадок карбонатов на фильтре и в колбе растворяют в 10 мл 2 н раствора соляной кислоты. На этом этапе вода частично освобождается от цинка. Кислый раствор из колбы переносят в делительную воронку, тщательно смывая очищенной дистиллированной водой содержимое колбы и фильтр. К раствору в делительной воронке добавляют 1 мл раствора солянокислого гидроксилamina (для восстановления Mn^{4+} и Fe^{3+}), 1 мл раствора виннокислого калия-натрия и 5 мл 33%-ного раствора лимоннокислого натрия. Раствор доводят до 100 мл дистиллированной водой. Содержимое воронки перемешивают, прибавляют 2—3 капли 0,1%-ного раствора фенолового красного и по каплям очищенный концентрированный аммиак и продолжают анализ, как описано выше.

3.5. Обработка результатов

Содержание свинца (X), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot 1000},$$

где a — содержание свинца, найденное по шкале стандартных растворов или калибровочному графику, мкг;

V — объем исследуемой воды, взятый на определение, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями — 0,0025 мг/л, если содержание свинца в воде не превышает 0,01 мг/л, при более высокой концентрации свинца в воде — 25 отн. %.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА ДИТИЗОНЫМ МЕТОДОМ (КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД)

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в красный цвет соединения цинка с дитизоном с дальнейшим извлечением дитизоната цинка в слой четыреххлористого углерода (при pH 4,5—4,8).

Чувствительность метода составляет (объем исследуемой воды 100 мл) — 5 мкг/л.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки 10 и 100 мл без делений, пипетки 5 и 2 мл с делениями 0,01 и 0,1 мл; бюретки 25 мл; воронка делительная 100—250 мл по ГОСТ 25336—82.

Пробирки колориметрические с притертыми пробками по ГОСТ 25336—82.

Цинк металлический по ГОСТ 989—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление основного стандартного раствора цинка

0,100 г чистого металлического цинка растворяют в пробирке 2 мл соляной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят дистиллированной водой до метки. 1 мл раствора содержит 100 мкг Zn^{2+} .

4.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора цинка

Основной раствор разбавляют 1:100. 1 мл раствора содержит 1 мкг Zn^{2+} . Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

4.3.3. Приготовление 2 н раствора уксуснокислого натрия

68 г $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и разбавляют до 250 мл дистиллированной водой.

4.3.4. Приготовление 2 н раствора уксусной кислоты

30 мл ледяной уксусной кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 250 мл.

4.3.5. Приготовление буферного раствора (ацетатного)

Смешивают равные объемы 2 н раствора уксуснокислого натрия ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) и 2 н раствора уксусной кислоты (CH_3COOH) и очищают так же, как и 20%-ный раствор серноватистокислорого натрия (см. ниже).

4.3.6. Приготовление 0,01 и 0,002%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде (Cl_4)

0,05 г очищенного дитизона помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в небольшом количестве CCl_4 . Затем доводят до метки четыреххлористым углеродом и получают 0,01%-ный раствор. Из 0,01%-ного раствора готовят 0,002 и 0,001%-ные растворы. Для этого берут соответственно 20 и 10 мл раствора дитизона и доводят до метки четыреххлористым углеродом в мерной колбе вместимостью 100 мл.

4.3.7. Приготовление 20%-ного раствора серноватистокислого натрия

20 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 80 мл дистиллированной воды и очищают взбалтыванием в делительной воронке с 0,01%-ным раствором дитизона порциями по 5—10 мл до тех пор, пока цвет дитизона не перестанет изменяться. Избыток дитизона удаляют встряхиванием раствора с чистым четыреххлористым углеродом порциями по 10 мл до тех пор, пока четыреххлористый углерод не станет бесцветным.

4.4. Проведение анализа

В условиях прописи метода можно определить цинк в количестве от 5 до 50 мкг/л. Если потребуется определить количество цинка, выходящее за указанные пределы, отбирают на определение соответственно большее или меньшее количество воды.

Определению цинка мешает содержание меди более 0,001 мг в исследуемой воде. При содержании меди более 0,001 мг ее связывают в комплекс добавлением серноватистокислого натрия из расчета на каждые 10 мкг меди в исследуемой воде 5 мл 20%-ного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. При содержании окисного железа более 0,05 мг и закисного 0,03 мг в пробе исследуемой воды необходимо воду предварительно разбавить очищенной дистиллированной водой и затем профильтровать через плотный фильтр, промытый горячей дистиллированной водой.

10 мл исследуемой воды, подкисленной при отборе, если исследуемая вода не была подкислена, ее подкисляют 2—3 каплями очищенной HCl (1:1), помещают в делительную воронку вместимостью 150—200 мл. Добавляют 5 мл буферного раствора, перемешивают, приливают 1 мл 20%-ного раствора серноватистокислого натрия и снова перемешивают. Добавляют из бюретки 4 мл 0,002%-ного рабочего раствора дитизона в четыреххлористом углероде и энергично встряхивают в течение 2 мин. Окраска раствора дитизона в зависимости от содержания цинка изменяется от зеленой до красной. Ставят воронку вертикально в штатив и ожидают расслоения жидкостей. Экстракт дитизоната сливают в колориметрическую пробирку с притертой пробкой. К водному раствору в делительной воронке приливают вновь 2 мл раствора дитизона. Энергично встряхивают в течение 2 мин и после разделения

жидкостей сливают слой дитизоната цинка в ту же пробирку.

Перемешивают и сравнивают со стандартной шкалой, приготовленной в тех же условиях.

Для приготовления стандартной шкалы отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл рабочего стандартного раствора Zn (1 мл раствора содержит 1 мкг Zn^{2+}), доводят объем дистиллированной водой до 100 мл и обрабатывают так же, как исследуемую воду. Образцы шкалы соответственно будут содержать 0,0—0,5—1,0—2,0—3,0—4,0—5,0 мкг Zn^{2+} .

Шкала устойчива в течение трех суток при хранении в темном месте.

Если концентрация цинка в исследуемой воде не превышает 50 мкг/л, весь цинк из исследуемой воды обычно переходит в дитизонат при первом встряхивании. Цвет раствора дитизона при повторном экстрагировании остается зеленым. Если цвет раствора дитизона будет иметь иную окраску, то это значит, что в воде содержится цинка более 50 мкг/л. В этом случае определение повторяют, отбирая для анализа 50—25 мл исследуемой воды. При этом количество прибавляемого буферного раствора и серноватистокислого натрия остается прежним. Если необходимо брать еще меньшее количество исследуемой воды, ее нужно разбавлять очищенной дистиллированной водой до объема 25 мл. При малых концентрациях цинка в исследуемой воде (0,5—1,0 мкг в исследуемой воде) экстракцию следует производить более разбавленным раствором дитизона (0,001%). При первой экстракции добавляют 3 мл 0,001%-ного раствора дитизона, второй раз 1 мл.

Полученные экстракты сливают вместе в пробирку с притертой пробкой и колориметрируют. Стандартную шкалу (0,5—1,0 мкг Zn^{2+}) готовят в тех же условиях.

4.5. Обработка результатов

Содержание цинка (X), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot 1000},$$

где a — содержание цинка, найденное по шкале стандартных растворов, мкг;

V — объем исследуемой воды, взятый на определение, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями — 5 мкг/л, если содержание цинка не превышает 20 мкг/л; при более высоких концентрациях — 25 отн. %.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЕБРА ДИТИЗОНОВЫМ МЕТОДОМ [КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД]

5.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет соединения серебра с дитизоном и дальнейшем извлечении дити-

зоната серебра в слой четыреххлористого углерода при pH 1,5—2,0. Колориметрирование производится по способу стандартных серий по смешанной окраске.

Чувствительность метода составляет (объем исследуемой воды 200 мл) 1 мкг/л.

5.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 вместимостью: цилиндры измерительные 10 и 250 мл: пипетки мерные 1 и 5 мл с делениями на 0,01 и 0,1 мл; бюретки 25 мл с притертым краном.

Пробирки колориметрические с притертыми пробками по ГОСТ 25336—82.

Воронки делительные вместимостью 250 мл по ГОСТ 25336—82.

Капельница по ГОСТ 25336—82.

Аммоний надсерниокислый (персульфат).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165—79.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота аскорбиновая.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Трилон Б по ГОСТ 10652—73.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Диэтилдитиокарбамат натрия.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

5.3. Подготовка к анализу

5.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотно-кислого серебра*

0,157 г AgNO_3 х.ч. растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисляют 2—3 каплями концентрированной азотной кислоты и объем раствора доводят водой до 1 л. 1 мл раствора содержит 100 мкг Ag^+ .

5.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотно-кислого серебра*

Раствор получают путем разбавления основного раствора 1:100, последовательно разбавляя в 10 и 100 раз. 1 мл раствора содержит 0,1 мкг Ag^+ .

5.3.3. *Приготовление 20%-ного раствора аскорбиновой кислоты*
20 г аскорбиновой кислоты растворяют в 80 мл дистиллированной воды.

5.3.4. *Приготовление 0,01%-ного раствора дитизона*

0,05 г очищенного дитизона помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в небольшом количестве четыреххлористого углерода и после растворения доводят до метки четыреххлористым углеродом.

5.3.5. Приготовление 0,0005%-ного раствора дитизона

Раствор готовят разбавлением 0,01%-ного раствора дитизона очищенным четыреххлористым углеродом.

5.3.6. Приготовление 0,2 н раствора трилона Б

36 г двузамещенной натриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 л в мерной литровой колбе.

5.3.7. Приготовление 25%-ного раствора надсернокислого аммония

100 г персульфата аммония растворяют в 300 мл дистиллированной воды и очищают. Для этого раствор фильтруют в делительную воронку, в которую предварительно добавлено несколько миллилитров диэтилдитиокарбамата свинца (ДДК), растворенного в четыреххлористом углероде, и энергично встряхивают в течение 1—2 мин. Экстрагирование ДДК свинцом повторяют до тех пор, пока органический слой не станет бесцветным.

5.3.8. Приготовление раствора диэтилдитиокарбамата свинца

В 50—100 мл дистиллированной воды растворяют 0,10 г Pb (CH_3COO)₂, добавляют 0,10 г растворенного в воде диэтилдитиокарбамата натрия. При этом образуется белый осадок ДДК свинца. Раствор с осадком переносят в делительную воронку, прибавляют 250 мл CCl_4 и взбалтывают. Осадок растворяют в CCl_4 . Водный слой отбрасывают, а слой CCl_4 отфильтровывают через сухой фильтр в мерную колбу вместимостью 500 мл. Доводят до метки CCl_4 . Раствор устойчив в течение трех месяцев.

5.4. Проведение анализа

Определению мешают: медь и ртуть. Хлориды в концентрации до 300 мг/л не мешают определению. Влияние меди устраняется связыванием в комплекс с трилоном Б, а ртути (Hg^{2+}) — восстановлением до ртути (Hg^+). В качестве восстановителя используется аскорбиновая кислота. Восстановление протекает в азотнокислой среде. Реакция восстановления (Hg^{2+} в Hg^+) аскорбиновой кислотой протекает во времени. В качестве катализатора применяют серебро (для исследуемой воды используют 0,5 мкг стандартного раствора серебра). Одновалентная ртуть не мешает определению серебра.

В коническую колбу вместимостью 300 мл помещают 200 мл предварительно профильтрованной воды, 10 мл очищенной серной кислоты (1:1) и 1 мл 25%-ного раствора персульфата аммония. Пробу кипятят 10 мин (считая с момента закипания), охлаждают водой и доводят объем пробы в измерительной цилиндрической перегнанной дистиллированной водой до объема 200 мл. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250—300 мл, добавляют 5 мл 0,2 н раствора трилона Б, перемешивают и добавляют из бюретки 2 мл 0,0005%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде, энергично встряхивают 1 мин. Окраска ди-

тизона в присутствии серебра изменяется от зеленой до желтой. После отстаивания нижний окрашенный слой дитизоната серебра сливают в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, перемешивают и сравнивают интенсивность окраски со шкалой образцов.

Для приготовления шкалы стандартных растворов в измерительные цилиндры вместимостью 250 мл вносят: 0,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10 мл рабочего стандартного раствора азотнокислого серебра и доводят до 200 мл дистиллированной водой. Получают шкалу образцовых растворов с содержанием 0,0—0,2—0,3—0,5—0,7—1,0 мкг Ag^+ в 200 мл раствора. Растворы переносят в колбы вместимостью по 300 мл. В каждую колбу добавляют по 10 мл серной кислоты (1:1) и 1 мл 25%-ного раствора персульфата аммония. Далее анализ продолжают, как описано выше. Шкала устойчива в течение суток при условии хранения ее в темном месте.

Если исследуемая вода содержит ртуть, то необходимо устранить ее влияние. Для этого в исследуемую воду, перенесенную в делительную воронку после разрушения органических веществ персульфатом аммония, прибавляют 2 капли очищенной азотной кислоты (1:1), 0,5 мл азотнокислого серебра, содержащего 1 мкг/мл Ag^+ (катализатор), и 5 мл свежеприготовленного 20%-ного раствора аскорбиновой кислоты. Раствор перемешивают и оставляют стоять на 20—30 мин. Далее анализ продолжают, как описано выше.

При определении результатов введенные в пробу 0,5 мкг серебра вычитают.

5.5. Обработка результатов

Содержание серебра (X) в мг/л, определяют по формуле.

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot 1000},$$

где a — содержание серебра, найденное по шкале стандартных растворов, мкг;

V — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями — 25 отн. %.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА И ЦИНКА В ОДНОЙ ПРОБЕ (ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД)

6.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении ионов свинца и цинка на ртутно-капельном электроде до соответствующего металла. В среде 1 М раствора фосфорной кислоты потенциал полуволны свинца 0,53 В и цинка 1,13 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Чувствительность метода составляет (объем исследуемой воды 100 мл) — 0,01 мг/л свинца и 0,1 мг/л цинка.

6.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Полярोगраф переменного тока ППТ 1 или вектор-полярोगраф Ц. Л. А.

Баня водяная.

Баня песчаная.

Центрифуга Ц. Л. Н.2 или другого аналогичного типа, обеспечивающая скорость вращения до 5000 об/мин.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 1000, 500 и 100 мл; пипетки 10, 5, 2 и 1 мл с делениями 0,1; 0,05 и 0,01 мл; цилиндры измерительные 100, 25 и 10 мл.

Пробирки центрифужные вместимостью 10 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Пробирки с притертыми пробками по ГОСТ 25336—82.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 мл по ГОСТ 25336—82.

Капельница стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336—82.

Палочки стеклянные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Цинк металлический по ГОСТ 989—75.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236—77.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч.

6.3. Подготовка к анализу

6.3.1. Приготовление основного стандартного раствора азотно-кислого свинца

1,600 г $Pb(NO_3)_2$ растворяют в дистиллированной воде, содержащей 1 мл концентрированной HNO_3 , и доводят объем дистиллированной водой до 1 л. 1 мл этого раствора содержит 1 мг Pb^{2+} .

6.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотно-кислого свинца

Раствор готовят в день построения градуировочного графика разбавлением основного стандартного раствора 1:1000. В мерную колбу вместимостью 100 мл вносят 10 мл основного стандартного раствора свинца и доводят объем до метки 0,001 н раствором HNO_3 . 1 мл раствора содержит 100 мкг Pb^{2+} . Затем 10 мл рабочего раствора вносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем 0,001 н раствором HNO_3 до метки. 1 мл раствора содержит 1 мкг Pb^{2+} .

6.3.3. *Приготовление основного стандартного раствора цинка*
1,000 г металлического цинка растворяют в 7 мл HCl (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят дистиллированной водой до метки. 1 мл раствора содержит 1 мг Zn^{2+} .

6.3.4. *Приготовление рабочего стандартного раствора цинка*
Основной раствор разбавляют 1:100 в день построения градуировочного графика. В мерную колбу вместимостью 1 л вносят 10 мл основного раствора и доводят до метки 0,001 н раствором HCl , 1 мл раствора содержит 10 мкг Zn^{2+} .

6.3.5. *Приготовление 0,001 н раствора азотной кислоты*
Раствор готовят из фиксаналя соответствующим разбавлением дистиллированной водой.

6.3.6. *Приготовление 0,001 н раствора соляной кислоты*
Раствор готовят из фиксаналя соответствующим разбавлением дистиллированной водой.

6.3.7. *Приготовление 1 М раствора ортофосфорной кислоты*
65,4 мл 87%-ной ортофосфорной кислоты (плотностью $1,72 \text{ г/см}^3$) вносят в мерную колбу вместимостью 1 л и разбавляют объем дистиллированной водой до метки.

6.4. Проведение анализа

В среде 1 М раствора ортофосфорной кислоты потенциал полуволны свинца 0,53 В и цинка 1,13 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Определению свинца мешает олово (Sn^{2+}) в концентрации, превышающей в 1000 раз содержание свинца в исследуемой воде. Определению цинка мешает никель в концентрации, превышающей в 10 раз содержание цинка в пробе. Обычно эти концентрации олова и никеля в питьевой воде не встречаются.

Для определения отбирают 100 мл исследуемой воды, подкисленной при отборе воды (если исследуемая вода не была подкислена, ее подкисляют 0,5 мл концентрированной HCl), помещают в химический стакан и выпаривают на водяной бане. Сухой остаток минерализуют на песчаной бане. Для этого к сухому остатку добавляют 0,5 мл концентрированной серной кислоты и по каплям 2 мл концентрированной азотной кислоты и выпаривают до суха. Затем добавляют 0,5 мл перекиси водорода и 1 мл концентрированной соляной кислоты и вновь выпаривают на водяной бане. Для удаления остаточного количества кислоты сухой остаток дважды обрабатывают дистиллированной водой (порциями примерно 10 мл) с последующим выпариванием до сухого остатка.

После такой обработки сухой остаток количественно растворяют в 10 мл 1 М раствора ортофосфорной кислоты (фона) и переносят в центрифужную пробирку. Раствор центрифугируют 2—3 мин, при скорости вращения 3000 об/мин, удаляют кислород продуванием азотом и полярографируют при выбранных условиях,

найденных при построении градуировочного графика. По полученной высоте полярографической волны, в миллиметрах, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию свинца и цинка, в микрограммах, в пробе.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 мл наливают рабочий стандартный раствор свинца с содержанием в 1 мл раствора 1 мкг свинца и цинка с содержанием в 1 мл раствора 10 мкг цинка в следующих количествах: 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10 мл. Затем все колбы доливают до метки дистиллированной водой. Получают стандартную шкалу с содержанием 0,0—1,0—2,0—4,0—6,0—8,0—10 мкг Pb^{2+} и 0,0—10—20—40—60—80—100 мкг Zn^{2+} . Обработывают образцовые растворы так же, как исследуемую воду. По полученным данным высот полярографических волн строят градуировочный график зависимости высоты полярографической волны от концентрации в мкг Pb^{2+} и Zn^{2+} .

Выявление условий полярографирования.

В зависимости от периода капания ртути и количества электронов, восстанавливающихся на ртутно-капельном электроде, выбирают условия полярографирования: чувствительность, амплитуду, скорость изменения напряжения и период задержки.

Начальное напряжение для свинца — 0,4 В, для цинка — 0,9 В.

При построении градуировочного графика и исследовании проб воды необходимо контролировать период капания ртути и соблюдать одинаковые условия полярографирования.

6.5. Обработка результатов

Содержание свинца (X), мг/л и цинка (X_1), мг/л определяют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot 1000},$$

$$X_1 = \frac{a \cdot 1000}{V \cdot 1000},$$

где a — содержание свинца или цинка, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем исследуемой воды, взятой для определения, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями — 10 отн. %.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ**Метод определения содержания сухого остатка**Drinking water. Method for determination
of total solids content**ГОСТ
18164-72**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. № 1855 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.89**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает весовой метод определения содержания сухого ос-
татка.

Величина сухого остатка характеризует общее содержание рас-
творенных в воде нелетучих минеральных и частично органиче-
ских соединений.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения сухого остатка дол-
жен быть не менее 300 мл.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Баня водяная.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74,
емкостью: колбы мерные 250 и 500 мл; пипетки без деления
25 мл; чашка фарфоровая выпарительная 50—100 мл.

Экдикаторы по ГОСТ 25336—82.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий углекислый Na_2CO_3 , х. ч., точный раствор, готовят следующим образом: 10 г безводной соды (высушенной при 200°C и отвешенной на аналитических весах) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

1 мл раствора содержит 10 мг соды.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение сухого остатка без добавления соды (проводится в день отбора пробы).

250—500 мл профильтрованной воды выпаривают в предварительно высушенной до постоянной массы фарфоровой чашке. Выпаривание ведут на водяной бане с дистиллированной водой. Затем чашку с сухим остатком помещают в термостат при 110°C и сушат до постоянной массы.

3.1.1. Обработка результатов

Сухой остаток (X) в мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 1000}{V},$$

где m — масса чашки с сухим остатком, мг;

m_1 — масса пустой чашки, мг;

V — объем воды, взятый для определения, мл.

Данный метод определения сухого остатка дает несколько завышенные результаты вследствие гидролиза и гигроскопичности хлоридов магния и кальция и трудной отдачи кристаллизационной воды сульфатами кальция и магния. Эти недостатки устраняются прибавлением к выпариваемой воде химически чистого карбоната натрия. При этом хлориды, сульфаты кальция и магния переходят в безводные карбонаты, а из натриевых солей лишь сульфат натрия обладает кристаллизационной водой, но она полностью удаляется высушиванием сухого остатка при 150 — 180°C .

3.2. Определение сухого остатка с добавлением соды

250—500 мл профильтрованной воды выпаривают в фарфоровой чашке, высушенной до постоянной массы при 150°C . После того, как в чашку прилита последняя порция воды, вносят пипеткой 25 мл точного 1%-ного раствора углекислого натрия с таким расчетом, чтобы масса прибавленной соды примерно в два раза превышала массу предполагаемого сухого остатка. Для обычных пресных вод достаточно добавить 250 мг безводной соды (25 мл 1%-ного раствора Na_2CO_3). Раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой. Палочку обмывают дистиллированной водой, собирая воду в чашку с осадком. Выпаренный с содой сухой остаток высушивают до постоянной массы при 150°C . Чашку с сухим

остатком помещают в холодный термостат и затем поднимают температуру до 150°С. Разность в массе между чашкой с сухим остатком и первоначальной массой чашки и соды (1 мл раствора соды содержит 10 мг Na_2CO_3) дает величину сухого остатка во взятом объеме воды.

3.2.1. Обработка результатов

Сухой остаток (X) в мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - (m_1 + m_2) \cdot 1000}{V},$$

где m — масса чашки с сухим остатком, мг;

m_1 — масса пустой чашки, мг;

m_2 — масса добавленной соды, мг;

V — объем воды, взятый для определения, мл.

Расхождения между результатами повторных определений не должны превышать 10 мг/л, если сухой остаток не превышает 500 мг/л; при более высоких концентрациях расхождение не должно превышать 2 отн. %.

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 СССР 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 кристаллвиолета — 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 стенках 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:

- фотоэлектроколориметр 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;
- эксикатор 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;
- гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79;
- кислоту хлорноватую;
- арсеназо III;
- кислоту аскорбиновую;
- перекись водорода по ГОСТ 177—77;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;
- кислоту щавелевую;
- 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 азотно-кислого 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-кристаллвиолета.

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 мг 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 мг 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. Аликвотную 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 аликвотные части, в одной из которых определяют уран, как описано в п. 4.1.1. Вторая аликвотная часть служит для приготовления раствора сравнения. Вторую аликвотную 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-кристалливиолета

4.2.1. В зависимости от предполагаемого содержания урана отмеряют 50—500 мл анализируемой пробы в коническую колбу вместимостью 100—1000 мл. Если взятая проба 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°C 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 трилона 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 $\pm 10\%$.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения массовой концентрации фтора

Drinking water.
Methods of determination of
fluoride content mass cocentrationГОСТ
4386—81Взамен
ГОСТ 4386—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 апреля 1981 г. № 2164 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 фторида с лантанизаринкомплексом в водной (вариант А) или водноуксусной среде (вариант Б) и потенциометрический метод определения суммарного содержания фтора с использованием фторидного электрода.

Чувствительность фотометрического метода составляет 0,04—0,05 мг/дм³ фторида, потенциометрического метода — 0,19 мг/дм³ фтора.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481—80.
- 1.2. Объем пробы воды должен быть не менее 200 мл.
- 1.3. Пробы отбирают в полиэтиленовую посуду и не консервируют.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИДА. ВАРИАНТ А

2.1. Метод основан на способности фторида образовывать синево-синий растворимый в воде тройной комплекс, в состав которого входит лантан (III), ализаринкомплексон и фторид. Интенсивность окраски раствора измеряют при длине волны 610—620 нм. Определению фторида сильно мешают алюминий и железо; допустимая массовая концентрация алюминия должна быть в

2—3 раза меньше массовой концентрации фторида, а железа не должна превышать $0,3 \text{ мг/дм}^3$. В присутствии алюминия и железа, превышающих указанные количества, фтор следует определять потенциометрическим методом.

Аппаратура, реактивы и материалы

2.2.1. Для проведения анализа используют следующую аппаратуру, реактивы и материалы:

фотоэлектроколориметр любой модели ($\lambda = 610—620 \text{ нм}$);

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 1000 мл;

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74 с делениями, вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 мл;

колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, конические вместимостью 250 и 500 мл;

банки полиэтиленовые вместимостью 500 и 1000 мл;

весы аналитические лабораторные по ГОСТ 24104—80, класс точности 1, 2;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, х.ч. или ч.д.а.;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, ч.д.а. или х.ч.;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч.д.а. или х.ч.;

лантан азотнокислый, ч.д.а. или х.ч.;

ализаринкомплексон, ч.д.а.;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, ч.д.а. или х.ч.;

фиксаналы соляной и азотной кислоты;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч.д.а. или х.ч.;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, ч.д.а. или х.ч.

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора фтористого натрия с содержанием $0,1 \text{ мг/см}^3$ фторида*

Фтористый натрий в количестве 0,2811 г, высушенный предварительно до постоянной массы при 105°C , помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения до 3 мес.

2.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора*

Рабочий стандартный раствор с содержанием $0,005 \text{ мг/см}^3$ фторида готовят разбавлением в 20 раз основного стандартного раствора, 5 мл этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

2.3.3. *Приготовление $0,0005 \text{ М}$ раствора ализаринкомплексона*

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 0,1927 г ализаринкомплексона, смачивают навеску реактива пятью-шестью каплями 4%-ного раствора гидроокиси натрия для лучшего рас-

творения, приливают примерно 500 мл дистиллированной воды, добавляют 0,25 г ацетата натрия и перемешивают раствор до растворения реагента. Затем приливают по каплям 0,1 н. раствор соляной кислоты до перехода окраски раствора из красно-оранжевой в желтую (это соответствует $pH \sim 5$) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике. Срок хранения до 1 мес.

2.3.4. Приготовление 0,0005 М раствора нитрата лантана

В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 0,2166 г шестиводного нитрата лантана, приливают 200—300 мл дистиллированной воды, добавляют 1 мл 1 н. раствора азотной кислоты, растворяют соль при перемешивании и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора до 1 года.

2.3.5. Приготовление ацетатного буферного раствора ($pH = 4,5 \pm 0,2$)

В стакан вместимостью 500 мл помещают 105 г трехводного ацетата натрия, приливают примерно 300—400 мл дистиллированной воды, растворяют соль перемешиванием, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 100 мл ледяной уксусной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; pH раствора проверяют потенциметрически.

2.3.6. Приготовление 0,1 н. раствора гидроокиси натрия

4 г гидроокиси натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

2.3.7. Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты

Раствор готовят из фиксанала соляной кислоты.

2.3.8. Приготовление 1 н. раствора азотной кислоты

Раствор готовят из фиксанала азотной кислоты (разбавляя раствор до объема 100 мл дистиллированной водой).

2.4. Проведение анализа

2.4.1. При массовой концентрации фторида 1—2 мг/дм³ объем анализируемой пробы воды должен быть 10 мл, при массовой концентрации фтора меньше 1—2 мг/дм³ — 25 мл.

В мерную колбу вместимостью 50 мл приливают 10 мл анализируемой воды, затем 5 мл раствора ализаринкомплексона, 1,5 мл буферного раствора и 5 мл нитрата лантана. Раствор перемешивают, доливают дистиллированной водой до метки, опять перемешивают и оставляют стоять раствор в течение 1 ч в темном месте. После этого измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 30 мм при длине волны 610—620 нм относительно раствора холостого опыта. Массовую концентрацию фторида в пробе находят по градуировочному графику.

2.5. Построение градуировочного графика

2.5.1. В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,5;

1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 6,0 см³ рабочего стандартного раствора фтористого натрия, что соответствует 0,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 30,0 мкг фторида, приливают в каждую колбу дистиллированную воду до объема примерно 15—20 мл и дальнейший ход анализа проводят так же, как указано в п. 2.4.1.

Для построения градуировочного графика анализ повторяют еще два-три раза.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от массовой концентрации фторида, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию фторида в микрограммах, а по оси ординат значение оптической плотности. Построение графика повторяют для каждой новой партии реагентов и не реже одного раза в месяц.

2.6. Обработка результатов

Массовую концентрацию фторида (X) в анализируемой воде в мг/дм³ рассчитывают по формуле

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

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

V — объем воды, взятый для анализа, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5% при массовой концентрации фтора на уровне предельно допустимой концентрации.

Вычисления проводят с точностью до двух значащих цифр.

Сходимость результата анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;
 P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИДА. ВАРИАНТ Б

3.1. Метод определения основан на том же принципе, что и вариант А, но для повышения оперативности определение проводят в водноацетоновой среде, в которой полнота развития окраски тройного комплекса лантана (III), ализаринкомплексона и фторида достигается через 15 мин.

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

3.2.1. Используются аппаратура, реактивы и материалы, указанные в п. 2.2.1, а также ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а. или х.ч.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Стандартные растворы фтористого натрия и все остальные растворы реактивов готовят по пп. 2.3.1.—2.3.5.

3.3.2. Приготовление смешанного водно-ацетонового раствора реагентов

Смешивают 10 частей раствора нитрата лантана, 10 частей раствора ализаринкомплексона, 2 части ацетатного буферного раствора и 25 частей ацетона. Этот раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике. Срок хранения не более недели.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают не более 25 мл анализируемой воды, чтобы массовая концентрация в ней фторида была 0,02—0,4 мг/дм³, приливают 25 мл смешанного раствора реагентов, перемешивают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 610—620 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм относительно раствора холостого опыта. Массовую концентрацию фторида в пробе воды находят по градуировочному графику.

3.5. Построение градуировочного графика

3.5.1. В мерные колбы вместимостью 50 мл помещают 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 мл рабочего стандартного раствора фтористого натрия, что соответствует 0,0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мкг фторида, приливают дистиллированную воду до объема примерно 15—20 мл и дальнейший ход анализа проводят также, как указано в п. 3.4.1.

Для построения градуировочного графика анализ повторяют еще два-три раза.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от массовой концентрации фторида, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию фторида в микрограммах, а по оси ординат значение оптической плотности. Построение графика повторяют для каждой новой партии реагентов и не реже одного раза в месяц.

3.6. Обработка результатов

Массовую концентрацию фторида в анализируемой воде рассчитывают по формуле, указанной в п. 2.6.

4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА

4.1. Для определения суммарного содержания фтора в анализируемой воде используют электродную систему, состоящую из измерительного фторидного электрода, чувствительного к ионам фторида, и вспомогательного хлорсеребряного электрода.

Измерение потенциала фторидного электрода проводят высокоомным рН-метром-милливольтметром, заменив стеклянный электрод на фторидный, или же специальным ионометром. Мешающее

влияние алюминия и железа до массовой концентрации, равной их предельно допустимой концентрации в питьевой воде, устраняется введением в анализируемую пробу буферного раствора, содержащего цитрат натрия и трилон Б, которые разрушают комплексы фтора и переводят весь присутствующий фтор в состояние фторида.

4.2. Аппаратура, реактивы и материалы

4.2.1. Для проведения анализа используют следующую аппаратуру, реактивы и материалы:

высокоомный рН-метр-милливольтметр типа рН-340 или рН-121 или другой модели, предназначенный для работы с ионоселективными электродами, или ионометр типа ЭВ-74;

мешалка магнитная (любая модель);

электрод фторидный типа ЭФ-VI;

колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500 и 1000 мл.

пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, с делениями вместимостью 1, 2, 5, 10 и 20 мл;

стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50 мл;

колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 с притертыми пробками;

банки полиэтиленовые вместимостью 250, 500 и 1000 мл;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, х.ч. или ч.д.а.;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, ч.д.а., х.ч.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х.ч. или ч.д.а.;

натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280—76, ч.д.а.;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75, ч.д.а. или х.ч.;

соль динатриевую этилендиамин -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, ч.д.а. или х.ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. *Приготовление основного стандартного 0,1 М раствора фтористого натрия*

В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 4,1990 г фтористого натрия, высушенного предварительно до постоянной массы при 105°С, растворяют и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Этот раствор имеет величину $pF=1$ (массовую концентрацию 1,9 г/дм³ фторида). Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения до 6 мес.

4.3.2. *Приготовление рабочих стандартных 0,01; 0,001; 0,0001 и 0,00001 М растворов фтористого натрия*

Для приготовления 0,01 М раствора фтористого натрия 10 см³ основного стандартного раствора разбавляют дистиллированной

водой до 100 мл в мерной колбе. Этот раствор имеет величину $pF=2$ (массовую концентрацию 190 мг/дм³).

0,001 М раствор фтористого натрия готовят разбавлением 10 мл 0,001 М раствора до 100 мл дистиллированной водой в мерной колбе. Данный раствор имеет $pF=3$ (массовую концентрацию 19 мг/дм³).

Для приготовления 0,0001 М раствора фтористого натрия 10 мл 0,001 М раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 мл в мерной колбе. Этот раствор имеет величину $pF=4$ (массовую концентрацию 1,9 мг/дм³).

0,00001 М раствор фтористого натрия готовят разбавлением 10 мл 0,0001 М раствора до 100 мл дистиллированной водой в мерной колбе. Этот раствор имеет величину $pF=5$ (массовую концентрацию 0,19 мг/дм³).

Все рабочие стандартные растворы готовят в день проведения анализа.

4.3.3. *Приготовление ацетатно-цитратного буферного раствора ($pH=5\pm 0,2$)*

В мерную колбу вместимостью 500 мл помещают 52,00 г уксуснокислого натрия, 29,20 г хлористого натрия, 3,00 г лимоннокислого натрия, 0,30 г трилона Б и 8 см³ уксусной кислоты, приливают 200—300 мл дистиллированной воды, растворяют соли и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. pH раствора проверяют потенциометрически. Раствор следует хранить в холодильнике. Срок хранения до 3 мес.

4.3.4. *Подготовка к работе фторидного электрода*

Новый фторидный электрод следует предварительно выдерживать погруженным в 0,001 М раствор фтористого натрия в течение суток, а затем тщательно промыть дистиллированной водой. Когда работа с электродом проводится ежедневно, его хранят, погрузив в 0,0001 М раствор фтористого натрия. При длительных перерывах в работе электрод хранят в сухом состоянии.

4.4. *Проведение анализа*

4.4.1. Подготавливают к работе используемый pH-метр-милливольтметр или ионметр.

В стакан вместимостью 50 мл помещают 20 мл анализируемой воды (температура воды не должна отличаться от температуры стандартных растворов, по которым калибруют электрод, более чем на $\pm 2^\circ\text{C}$, в противном случае воду следует подогреть или охладить до требуемой температуры). Затем помещают в раствор магнит от магнитной мешалки, приливают 10 мл ацетатно-цитратного буферного раствора и погружают в раствор тщательно промытые дистиллированной водой и анализируемой водой фторидный и вспомогательный электроды, следя за тем, чтобы к поверхности мембраны фторидного электрода не прилипли пузырьки воздуха. Перемешивают раствор магнитной мешалкой и отсчитывают ус-

тановившееся стабильное значение потенциала в милливольтх. По градуировочному графику находят величину pF анализируемой воды, а затем по таблице пересчета величины pF в мг/дм^3 находят массовую концентрацию фтора в воде в мг/дм^3 .

4.5. Построение градуировочного графика

4.5.1. В стакан вместимостью 50 мл вливают 20 мл 0,01 М рабочего стандартного раствора ($pF=2$), помещают в раствор магнит от магнитной мешалки, приливают 10 мл ацетатно-цитратного буферного раствора и измеряют установившееся стабильное значение потенциала в милливольтх при перемешивании раствора магнитной мешалкой. После этого электроды тщательно несколько раз отмывают в дистиллированной воде, сушат промоканием фильтровальной бумагой и дважды ополаскивают следующим анализируемым стандартным раствором. В другой стакан вместимостью 50 мл наливают 20 мл 0,001 М ($pF=3$) рабочего стандартного раствора, погружают в раствор магнит, приливают 10 мл ацетатно-цитратного буферного раствора, включают магнитную мешалку и измеряют установившееся значение потенциала в милливольтх. Далее аналогичным способом измеряют потенциалы электрода в 0,0001 М рабочем стандартном растворе ($pF=4$) и в 0,00001 М растворе ($pF=5$). При выполнении измерений необходимо следить за тем, чтобы на поверхности мембраны фторидного электрода не налипали пузырьки воздуха.

По результатам измерений строят градуировочный график в координатах, откладывая по оси абсцисс величину pF стандартных растворов в милливольтх, а по оси ординат значение потенциала в милливольтх.

Градуировочный график следует проверять каждый раз перед работой по двум-трем точкам рабочих стандартных растворов. При построении градуировочного графика проверяют также правильность работы фторидного электрода (крутизна характеристики электрода). При измерении потенциалов рабочих стандартных растворов он должен изменяться от раствора к раствору на величину (56 ± 3) мВ. Если такая зависимость значения потенциала от величины pF не соблюдается, то фторидный электрод следует регенерировать вымачиванием в 0,001 М растворе фторидного натрия в течение суток, а затем тщательно отмыть дистиллированной водой.

4.6. Обработка результатов

Массовую концентрацию фтора (X_1) в анализируемой воде в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X_1 = C,$$

где C — массовая концентрация фтора, найденная по градуировочному графику по величине pF анализируемой воды и переведенная в мг/дм^3 по таблице пересчета.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10% при массовой концентрации фтора на уровне предельно допустимой концентрации.

Вычисления проводят с точностью до двух значащих цифр.

Сходимость результата анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;
 P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

ТАБЛИЦА
пересчета величины ρF в мг/дм³ фтора

ρF	мг/дм ³	ρF	мг/дм ³	ρF	мг/дм ³	ρF	мг/дм ³	ρF	мг/дм ³	ρF	мг/дм ³	ρF	мг/дм ³
5,02	0,18	4,72	0,36	4,42	0,72	4,12	1,44	3,82	2,87	3,52	5,74	3,22	11,46
5,00	0,19	4,70	0,38	4,40	0,76	4,10	1,51	3,80	2,90	3,50	6,00	3,20	11,99
4,98	0,20	4,68	0,40	4,38	0,79	4,08	1,58	3,78	3,15	3,48	6,29	3,18	12,56
4,96	0,21	4,66	0,42	4,36	0,83	4,06	1,65	3,76	3,41	3,46	6,59	3,16	13,15
4,94	0,22	4,64	0,44	4,34	0,87	4,04	1,73	3,74	3,46	3,44	6,89	3,14	13,78
4,92	0,23	4,62	0,46	4,32	0,92	4,02	1,81	3,72	3,63	3,42	7,22	3,12	14,42
4,90	0,24	4,60	0,48	4,30	0,95	4,00	1,90	3,70	3,80	3,40	7,56	3,10	15,09
4,88	0,25	4,58	0,50	4,28	1,00	3,98	2,00	3,68	3,97	3,38	7,92	3,08	15,81
4,86	0,26	4,56	0,52	4,26	1,05	3,96	2,09	3,66	4,16	3,36	8,30	3,06	16,55
4,84	0,27	4,54	0,55	4,24	1,09	3,94	2,19	3,64	4,35	3,34	8,68	3,04	17,33
4,82	0,28	4,52	0,57	4,22	1,15	3,92	2,28	3,62	4,56	3,32	9,10	3,02	18,15
4,80	0,29	4,50	0,60	4,20	1,20	3,90	2,39	3,60	4,77	3,30	9,52	3,00	19,00
4,78	0,32	4,48	0,63	4,18	1,26	3,88	2,50	3,58	4,99	3,28	9,975		
4,76	0,33	4,46	0,66	4,16	1,31	3,86	2,62	3,56	5,23	3,26	10,45		
4,74	0,35	4,44	0,69	4,14	1,38	3,84	2,76	3,54	5,47	3,24	10,93		

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания хлоридов

Drinking water.
Methods for determination
of chloride contentГОСТ
4245-72Взамен
ГОСТ 4245-48Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. Срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает методы определения содержания хлоридов (хлор-
иона).Определение содержания хлор-иона в питьевой воде произ-
водят:при содержании хлор-иона от 10 мг/л и выше титрованием
азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в
качестве индикатора;при содержании хлор-иона до 10 мг/л титрованием азотнокис-
лой ртутью в присутствии индикатора дифенилкарбазона.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 2874-82 и ГОСТ
4979-49.1.2. Объем пробы воды для определения содержания хлоридов
должен быть не менее 250 мл.1.3. Пробы воды, предназначенные для определения хлоридов,
не консервируют.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА ТИТРОВАНИЕМ
АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении хлор-иона в нейтральной или

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

слабощелочной среде азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромовокислое серебро, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую. Точность метода 1—3 мг/л.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки 100, 50 и 10 мл без делений; пипетки 1 мл с делением через 0,01 мл; цилиндр мерный 100 мл; бюретка 25 мл со стеклянным краном.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 мл.

Капельница по ГОСТ 25336—82.

Пробирки колориметрические с отметкой на 5 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Фильтры беззольные «белая лента».

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий — калий сернокислый) по ГОСТ 4329—77.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление титрованного раствора азотнокислого серебра.*

2,40 г химически-чистого AgNO_3 растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

1 мл раствора эквивалентен 0,5 мг Cl^- .

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.3.2. *Приготовление 10%-ного раствора (подкисленного азотной кислотой) азотнокислого серебра*

10 г AgNO_3 растворяют в 90 мл дистиллированной воды и добавляют 1—2 капли HNO_3 .

2.3.3. *Приготовление титрованного раствора хлористого натрия*

0,8245 г химически-чистого NaCl , высушенного при 105°C , растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

1 мл раствора содержит 0,5 мг Cl^- .

2.3.4. *Приготовление гидроокиси алюминия*

125 г алюминиевокалиевых квасцов $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в 1 л дистиллированной воды, нагревают до 60°C и постепенно прибавляют 55 мл концентрированного раствора аммиака

при постоянном перемешивании. После отстаивания в течение 1 ч осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлориды.

2.3.5. Приготовление 5%-ного раствора хромовокислого калия

50 г K_2CrO_4 растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

2.3.6. Установка поправочного коэффициента к раствору азотнокислого серебра

В коническую колбу вносят пипеткой 10 мл раствора хлористого натрия и 90 мл дистиллированной воды, добавляют 1 мл раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода лимонно-желтой окраски мутного раствора в оранжево-желтую, не исчезающую в течение 15—20 с. Полученный результат считают ориентировочным. К оттитрованной пробе прибавляют 1—2 капли раствора хлористого натрия до получения желтой окраски. Эта проба является контрольной при повторном, более точном определении. Для этого отбирают новую порцию раствора хлористого натрия и титруют азотнокислым серебром до получения незначительной разницы оттенков слабооранжевого в титруемом растворе и желтого в контрольной пробе.

Поправочный коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{v},$$

где v — количество азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, мл.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Качественное определение

В колориметрическую пробирку наливают 5 мл воды и добавляют три капли 10%-ного раствора азотнокислого серебра. Примерное содержание хлор-иона определяют по осадку или муте в соответствии с требованиями таблицы.

Характеристика осадка или муты	Содержание Cl^- , мг/л
1. Опалесценция или слабая муть	1—10
2. Сильная муть	10—50
3. Образуются хлопья, осаждаются не сразу	50—100
4. Белый объемный осадок	Более 100

2.4.2. Количественное определение

В зависимости от результатов качественного определения от-

бирают 100 мл испытуемой воды или меньший ее объем (10—50 мл) и доводят до 100 мл дистиллированной водой. Без разбавления определяются хлориды в концентрации до 100 мг/л. рН титруемой пробы должен быть в пределах 6—10. Если вода мутная, ее фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой. Если вода имеет цветность выше 30°, пробу обесцвечивают добавлением гидроокиси алюминия. Для этого к 200 мл пробы добавляют 6 мл суспензии гидроокиси алюминия, а смесь встряхивают до обесцвечивания жидкости. Затем пробу фильтруют через беззольный фильтр. Первые порции фильтрата отбрасывают. Отмеренный объем воды вносят в две конические колбы и прибавляют по 1 мл раствора хромовокислого калия. Одну пробу титруют раствором азотнокислого серебра до появления слабого оранжевого оттенка, вторую пробу используют в качестве контрольной пробы. При значительном содержании хлоридов образуется осадок AgCl , мешающий определению. В этом случае к оттитрованной первой пробе приливают 2—3 капли титрованного раствора NaCl до исчезновения оранжевого оттенка, затем титруют вторую пробу, пользуясь первой, как контрольной пробой.

Определению мешают: ортофосфаты в концентрации, превышающей 25 мг/л, железо в концентрации более 10 мг/л. Бромиды и йодиды определяются в концентрациях, эквивалентных Cl^- . При обычном содержании в водопроводной воде они не мешают определению.

2.5. Обработка результатов

Содержание хлор-иона (X) в мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot g \cdot 1000}{V},$$

где v — количество азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра;

g — количество хлор-иона, соответствующее 1 мл раствора азотнокислого серебра, мг;

V — объем пробы, взятый для определения, мл.

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- от 20 до 200 мг/л — 2 мг/л.

При более высоком содержании — 2 отн. %.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА В ВОДЕ ТИТРОВАНИЕМ АЗОТНОКИСЛОЙ РТУТЮ В ПРИСУТСТВИИ ИНДИКАТОРА ДИФЕНИЛКАРБАЗОНА

3.1. Сущность метода

Хлориды титруют в кислой среде раствором азотнокислой ртути в присутствии дифенилкарбазона, при этом образуется раство-

римая почти диссоциирующая хлорная ртуть. В конце титрования избыточные ионы ртути с дифенилкарбазоном образуют окрашенное в фиолетовый цвет комплексное соединение. Изменение окраски в эквивалентной точке выражено четко, в связи с этим конец титрования определяется с большой точностью.

Точность метода 0,5 мг/л.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки 100 и 50 мл без делений, цилиндр мерный 100 мл, микробюретка 2 мл.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 мл.

Капельница по ГОСТ 25336—82.

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—78.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Бромфеноловый синий (индикатор).

Дифенилкарбазон (индикатор).

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление 0,0141 н. раствора азотнокислой ртути

2,42 г $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 20 мл дистиллированной воды, к которой прибавлено 0,25 мл концентрированной азотной кислоты, затем объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 л.

1 мл этого раствора эквивалентен 0,5 мг Cl^- .

Раствор устойчив в течение четырех месяцев.

Поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути определяют титрованием 5 мл хлористого натрия (1 мл — 0,5 мг Cl^-), разбавленного до 100 мл дистиллированной водой, в тех же условиях, как при анализе пробы воды.

3.3.2. Приготовление дифенилкарбазона, спиртового раствора смешанного индикатора.

0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 100 мл 95%-ного этилового спирта. Хранят в склянке из темного стекла.

3.3.3. Приготовление 0,2 н. раствора азотной кислоты

12,8 мл концентрированной азотной кислоты разводят дистиллированной водой до 1 л.

Все растворы готовят на дважды перегнанной дистиллированной воде.

3.4. Проведение анализа

Отбирают 100 мл испытуемой воды, прибавляют 10 капель смешанного индикатора и по каплям 0,2 н. раствор HNO_3 до появления желтой окраски (рН 3,6), после чего прибавляют еще пять

капель 0,2 н раствора HNO_3 и титруют из микробюретки раствором азотнокислой ртути. К концу титрования окраска раствора приобретает оранжевый оттенок. Титрование продолжают медленно, по каплям добавляя раствор азотнокислой ртути, сильно взбалтывая пробу до появления слабо-фиолетового оттенка.

Для определения более четкого конца титрования используют контрольную пробу, в которой к 100 мл дистиллированной воды прибавляют индикатор, 0,2 н раствор азотной кислоты и одну каплю раствора азотнокислой ртути.

Метод может быть использован для определения и более высоких концентраций хлоридов в воде (более 10 мг/л). В этом случае отбирают меньший объем воды (содержание Cl^- в отобранном объеме должно быть не менее 10 мг) и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, прибавляют те же реактивы и в том же количестве и титруют из бюретки раствором азотнокислой ртути, как описано выше.

Определению не мешает цветность воды выше 30° и железо в концентрации, превышающей 10 мг/л. Йодиды и бромиды определяют в концентрациях, эквивалентных Cl^- .

3.5. Обработка результатов

Содержание хлор-иона (X) в мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot 0,5 \cdot K \cdot 1000}{V},$$

где v — количество азотнокислой ртути, израсходованное на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути;

V — объем воды, взятый для определения, мл.

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- в воде до 10 мг/л — 0,5 мг/л.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы санитарно-бактериологического
анализаDrinking water.
Methods of sanitary-bacteriological analysisГОСТ
18963—73 *Взамен
ГОСТ 5215—50
и ГОСТ 5216—50

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 29 июня 1973 г. № 1612 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1979 г. Срок действия продлен

до 01.07.84

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы санитарно-бактериологического анализа, отбора, хранения и транспортирования проб воды.

**1. МЕТОД ОТБОРА, ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ
ПРОБ ВОДЫ**

1.1. Для отбора проб воды используют стерильные флаконы вместимостью 0,5 л с притертой, каучуковой или корковой пробкой.

1.2. Место и время отбора пробы определяют в зависимости от цели анализа в наиболее характерных точках водопроводной сети: ближайших к насосной станции, наиболее удаленных от нее, наиболее возвышенных, в тупиках, а также в точках, качество воды в которых вызывает сомнение.

1.3. Пробы воды периферической водопроводной сети отбирают в периоды наибольшего расхода воды при соблюдении правил стерильности, после предварительной стерилизации кранов обжиганием пламенем горящего тампона, смоченного спиртом, и последующего спуска воды в течение 10—15 мин при полностью открытом кране. Бумажный пакет или колпачок с флакона снимают вместе с пробкой непосредственно перед отбором пробы, не касаясь пробки руками. Наполняют флаконы с таким расчетом, чтобы

при транспортировании не замочить пробку. Объем отбираемой пробы — 500 мл. Наполненные флаконы закрывают притертыми, каучуковыми или корковыми пробками и стерильными бумажными колпачками, которые обвязывают ниткой и бечевкой.

1.4. Пробы хлорированной водопроводной воды (с аммонизацией или без нее) отбирают во флаконы с дехлоратором: во флакон, предназначенный для отбора 500 мл воды, до стерилизации вносят 10 мг серноватистокислого натрия.

1.5. Отобранные пробы должны сопровождаться документом, содержащим:

точное наименование этапа очистки и обеззараживания;
при отборе проб из периферической водопроводной сети — точное месторасположение крана, из которого отбирают пробу;
дату отбора пробы (с указанием года, месяца, числа и часа);
особые обстоятельства, имевшие место при отборе проб (время спуска воды из крана, условия транспортирования и т. п.);
цель исследования: сделан ли отбор пробы в порядке текущего санитарного надзора или по особым показаниям (рекомендации санитарно-эпидемиологической службы, сигналы, поступающие от населения об изменении органолептических качеств воды, и т. п.).

Все сопроводительные документы должны быть подписаны лицом, отбравшим пробу, с указанием его места работы и должности.

1.6. Проба должна быть исследована не позже чем через 2 ч после ее отбора.

При невозможности выполнения этих условий анализ допускается проводить не позже чем через 6 ч после отбора пробы, сохраняя при этом пробу при температуре от 1 до 5°С.

1.7. При невозможности исследовать пробы на месте допускается транспортировать их в пределах времени, указанных в п. 1.6.

1.8. Посуда с пробами должна быть упакована в сумки-холодильники или в ящики с теплоизолирующей прокладкой.

1.9. Температуру, указанную в п. 1.6, необходимо поддерживать, применяя резиновые или пластмассовые мешки, наполненные летом льдом, а зимой теплой водой.

1.10. Необходимо избегать при транспортировании резких толчков, которые могут привести к намоканию пробок.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ, ПИТАТЕЛЬНЫЕ СРЕДЫ

2.1. Для проведения анализа должны применяться следующие аппараты, реактивы и питательные среды:

банки широкогорлые с притертыми пробками;

- воронки стеклянные по ГОСТ 23932—79;
колбы конические вместимостью 250 и 500 мл по ГОСТ 25336—82;
колбы с тубусом по ГОСТ 6514—75;
флаконы стеклянные вместимостью 100—250 мл;
посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74;
пипетки вместимостью 1 и 10 мл с ценой деления 0,1 мл на полное опорожнение;
пипетки Мора вместимостью 50 и 100 мл;
цилиндры вместимостью 100, 250, 500 мл;
мензурки вместимостью 250, 500, 1000 мл;
пробирки бактериологические по ГОСТ 25336—82;
флаконы для отбора проб с притертыми пробками или без них вместимостью 500 мл;
спиртовки по ГОСТ 25336—82;
стаканы лабораторные по ГОСТ 25336—82;
стекла покровные для микропрепаратов по ГОСТ 6672—75;
стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284—75;
чашки бактериологические;
кристаллизаторы по ГОСТ 25336—82, ГОСТ 23932—79;
насос водоструйный стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336—82;
поплавки для пробирок и колб длиной 20, 45 и 75 мм и диаметром соответственно 5,9 и 10 мм;
автоклав электрический по ГОСТ 9586—75;
аппараты фильтровальные с диаметром фильтрующей поверхности 32 мм;
баня водяная;
вакуум-насос или инжектор по ГОСТ 10528—76;
весы равноплечные ручные (аптечные);
весы рычажные общего назначения по ГОСТ 14004—68;
дистиллятор;
лупа по ГОСТ 25706—83;
микроскоп биологический по ГОСТ 8284—78;
осветитель ОИ-19;
пеналы металлические для пипеток;
пластинка с сеткой для счета колоний;
рН-метр;
прибор для счета колоний бактерий;
термостаты электрические для выращивания бактерий с автоматическим терморегулятором до 50°С и с термометром с ценой деления 0,2°С;
холодильник электрический или газовый бытовой, поддерживающий температуру на 4—6°С;
холодильники походные (сумки) или ящики для транспорти-

рования проб с теплоизоляцией и резиновыми мешками (для льда или теплой воды);

часы песочные на 1; 2; 5 мин по ГОСТ 10576—74;

шкаф сушильный лабораторный;

агар-агар в волокнах или в порошке по ГОСТ 20438—75;

агар сухой питательный;

кислота борная по ГОСТ 9656—83;

индикатор бриллиантовый зеленый;

индикатор бромтимоловый синий;

вата гигроскопическая медицинская по ГОСТ 5556—81;

вата хлопчатобумажная не гигроскопическая по ГОСТ 10477—75;

индикатор генциан фиолетовый;

глюкоза, х. ч., по ГОСТ 6038—79;

диметил-п-фенилендиамин;

желчь крупного рогатого скота свежая или сухая обезвожен-
ная;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

желатин;

йод по ГОСТ 4159—79;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74;

калий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 2493—75;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77;

кислота розоловая;

индикатор кристаллический фиолетовый;

лактоза;

марля медицинская в кусках и бинтах по ГОСТ 9412—77;

масло иммерсионное для микроскопии по ГОСТ 13739—78;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77;

натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

α -нафтол по ГОСТ 5838—79;

пептон сухой для бактериологических целей по ГОСТ 13805—76;

проволока из никелевых сплавов диаметром 0,3—0,5 мм
по ГОСТ 492—73;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67;

среда Эндо сухая питательная;

препарат с индикатором ВР и глюкозой;

препарат с индикатором ВР и лактозой;

фенол по ГОСТ 6417—72;

фильтры мембранные № 2 и 3 и фильтры планктонные № 6 или
фильтрующие мембраны «Владипор» марки МФА-МА №№ 5, 6,
7, 8, 10 диаметром 35 мм;

фуксин основной;

фуксин кислый;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76;

пробки резиновые разных размеров для флаконов.
сторож для молока.

(Измененная редакция. — «Информ. указатель стандартов» № 10 1982 г.).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка посуды и материалов

3.1.1. Вся бактериологическая посуда должна быть перед стерилизацией тщательно вымыта и высушена.

3.1.2. Пробирки и флаконы должны быть заткнуты ватными пробками и завернуты в бумагу. На горлышки флаконов следует надеть бумажные колпачки, которые обвязывают шнурком (ниткой).

3.1.3. Флаконы для отбора проб должны быть заткнуты ватными пробками, снабжены бумажными колпачками. Хорошо подобранные притертые, каучуковые или корковые пробки, завернутые в бумагу, привязывают к горлышку флакона.

3.1.4. Пробки для пробирок и флаконов готовят из ваты, обортывают слоем марли и завязывают ниткой на свободном конце.

3.1.5. Чашки Петри укладывают в металлические пеналы или завертывают в бумагу. Между крышкой и дном бактериологических чашек, предназначенных для разлижки среды Эндо, можно проложить кружки фильтровальной бумаги диаметром на 1—2 см больше диаметра чашки.

3.1.6. В конец пипетки, который берется в рот, вкладывают кусочек ваты. Пипетки помещают в металлические пеналы не более 6—10 шт. в каждый или завертывают в бумагу.

3.2. Стерилизация посуды

3.2.1. Подготовленную посуду стерилизуют сухим жаром в сушильном шкафу при $160 \pm 5^\circ \text{C}$ в течение 1 ч, считая с момента достижения этой температуры. Флаконы с привязанными к ним каучуковыми пробками стерилизуют отдельно в автоклаве при $126 \pm 2^\circ \text{C}$ ($1,5 \text{ кгс/см}^2$) 30 мин.

3.2.2. Простерилизованную посуду вынимают из сушильного шкафа после его охлаждения ниже 60°C .

3.2.3. Стерильную посуду хранят в плотно закрытых шкафах или ящиках лабораторных столов.

3.2.4. При отсутствии сушильного шкафа посуду стерилизуют в автоклаве при $126 \pm 2^\circ \text{C}$ ($1,5 \text{ кгс/см}^2$) 30 мин.

3.3. Приготовление сред и реактивов

3.3.1. Приготовление стерильной воды

Водопроводную (колодезную, речную) воду разливают в пробирки по 10 мл в каждую или во флаконы по 100 мл в каждый,

закрывают ватными пробками и стерилизуют в автоклаве при $120 \pm 2^\circ \text{C}$ ($1,1 \text{ кгс/см}^2$) 20 мин. Срок хранения не более двух недель.

Целесообразнее воду стерилизовать во флаконе и разливать в пробирки по 9 мл непосредственно перед посевом, соблюдая правила стерильности.

3.3.2. Приготовление мясной воды

500 г мясного фарша без жира и сухожилий заливают 1 л дистиллированной воды, настаивают 12 ч на холоду или 1 ч в водяной бане при $50\text{--}60^\circ \text{C}$. Затем настой кипятят, фильтруют через марлю или вату и опять доводят дистиллированной водой до 1 л, разливают во флаконы, стерилизуют в автоклаве при $120 \pm 2^\circ \text{C}$ ($1,1 \text{ кгс/см}^2$) 20 мин или приступают непосредственно к приготовлению мясного бульона или других питательных сред.

3.3.3. Приготовление мясо-пептонного бульона

К 1 л мясной воды прибавляют 10 г пептона и 5 г хлористого натрия, нагревают до полного растворения пептона и соли, устанавливают рН ($7,2\text{--}7,4$), осветляют, фильтруют и разливают в пробирки или флаконы в количествах, необходимых для анализа, закрывают ватными пробками и стерилизуют в автоклаве при $120 \pm 2^\circ \text{C}$ ($1,1 \text{ кгс/см}^2$) 20 мин.

Примечание. Допустимая погрешность взвешивания 0,1%.

3.3.4. Приготовление мясо-пептонного агара

К 1 л мясо-пептонного бульона прибавляют 15 г агара в волокнах или порошке, нагревают до полного растворения, проверяют рН ($7,2\text{--}7,4$), осветляют, фильтруют в горячем виде через ватно-марлевый фильтр и разливают во флаконы или пробирки в количествах, необходимых для анализа. Стерилизуют в автоклаве при $120 \pm 2^\circ \text{C}$ ($1,1 \text{ кгс/см}^2$) 20 мин.

Вместо мясо-пептонного бульона также используют перевар Хоттингера с концентрацией аминного азота не менее 100 мг/л.

3.3.5. Приготовление питательного агара Дагестанского НИИ питательных сред

Готовят по прописи на этикетке.

3.3.6. Приготовление глюкозо-пептонной среды

Среду готовят двух видов: нормальную и концентрированную.

Среда нормальной концентрации: 10 г пептона, 5 г натрия хлористого, 5 г глюкозы, 1 л дистиллированной воды. После растворения указанных ингредиентов прибавляют индикатор (2 мл 1,6%-ного спиртового раствора бромтимолового синего или 10 мл индикатора Андреде), устанавливают рН ($7,4\text{--}7,6$), разливают по 10 мл в пробирки с поплавками или комочками ваты, стерилизуют в автоклаве при 112°C ($0,5 \text{ кгс/см}^2$) 12 мин. Приготавливая концентрированную среду, количество всех ингредиентов, кроме воды, увеличивают в 10 раз.

3.3.7. Приготовление лактозо-пептонной среды

Готовят так же, как глюкозо-пептонную среду, заменив глюкозу лактозой.

3.3.8. Приготовление индикатора Андресе

1 г фуксина кислого растворяют в 32 мл нормального раствора гидрата окиси натрия, прибавляют 200 мл дистиллированной воды, настаивают 24 ч при 37° С, фильтруют, стерилизуют 5 мин при 100° С. Хранят во флаконе из темного стекла с притертой пробкой.

3.3.9. Приготовление полужирной среды с индикатором ВР и глюкозой

Готовят по прописи на этикетке. Срок хранения не более 7 суток.

3.3.10. Приготовление полужидкой среды с глюкозой. Полужидкую среду применяют при отсутствии сухих сред. Для этого в 1 л дистиллированной воды растворяют 10 г пептона, 5 г хлористого натрия, 4—5 г агар-агара, доводят до кипения, устанавливают рН (7,2—7,4), добавляют 1 мл 1,6%-го спиртового раствора бромтимолового синего. Стерилизуют при $120 \pm 2^\circ \text{C}$ (1,1 кгс/см²) 20 мин. В расплавленную среду вносят 5 г глюкозы, нагревают до кипения, разливают в стерильные пробирки столбиком высотой около 3 см и стерилизуют при 112° С (0,5 кгс/см²) 12 мин. Срок хранения не более 7 суток.

3.3.11. Приготовление среды Эндо (модификация)

Готовят из сухого препарата по прописи на этикетке.

В готовую и охлажденную до 60—70° С среду перед разливкой в чашки допускается прибавлять на 100 мл среды: 0,2 мл 10%-ного спиртового раствора основного фуксина для повышения дифференцирующих свойств среды и 0,2 мл 5%-го спиртового раствора розоловой кислоты во избежание застарения посевов спорными аэробными бактериями. После тщательного перемешивания среду разливают в чашки по 20—25 мл. Если на поверхности среды заметны следы влаги, чашки перед посевом необходимо подсушить. Для этого можно оставить чашки со средой на 0,5—1 ч для застывания и подсушивания накрытыми стерильными кружками фильтровальной бумаги. Хранить чашки со средой допускается не более двух-трех суток в темноте или в холодильнике. Срок хранения растворов фуксина и розоловой кислоты не более одного месяца.

3.3.12. Приготовление желчно-лактозного бульона с бриллиантовым зеленым

10 г пептона, 10 г лактозы, 200 мл свежей фильтрованной желчи крупного рогатого скота (или 20 г сухой обезвоженной желчи, растворенной в 200 мл дистиллированной воды) растворяют при нагревании в 700 мл дистиллированной воды, устанавливают рН (7,2—7,4), прибавляют 13,3 мл 1%-ного водного раствора бриллиантового зеленого, доливают дистиллированной водой до общего

объема 1 л, фильтруют через ватный фильтр, разливают по 5 мл в пробирки с поплавками и стерилизуют при 112°С (0,5 кгс/см²) 12 мин или три дня при 100°С. Срок хранения не более двух недель.

3.3.13. Приготовление борнокислой буферной среды с лактозой

10 г пептона, 12,2 г калия фосфорнокислого двузамещенного (безводного), 4,1 г калия фосфорнокислого однозамещенного (безводного), 3,2 г борной кислоты, 5 г лактозы растворяют в 1 л дистиллированной воды, разливают по 5 мл в пробирки с поплавками, стерилизуют при 112°С (0,5 кгс/см²) 12 мин. Срок хранения не более двух недель.

3.3.14. Приготовление реактивов для окраски по Граму*

Карболовый раствор генциана фиолетового готовят следующим образом: 1 г генциана фиолетового, 10 мл ректификованного этилового спирта, 5 г фенола растирают в ступке, добавляя 100 мл дистиллированной воды.

Раствор Люголя готовят следующим образом: 1 г йода, 2 г йодистого калия растворяют в 300 мл дистиллированной воды. Хранить во флаконе из темного стекла.

Фуксин Циля готовят следующим образом: 1 г основного фуксина, 10 мл спирта этилового ректификованного, 5 г фенола растирают в ступке, добавляя 100 мл дистиллированной воды.

Мазок на предметном стекле фиксируют трехкратным проведением через пламя горелки. На препарат накладывают полоску фильтровальной бумаги и на нее наливают карболовый раствор генциана фиолетового на 0,5—1 мин, снимают бумагу, наливают раствор Люголя на 0,5—1 мин, сливают раствор Люголя и стекло прополаскивают в этиловом спирте в течение 0,5—1 мин, пока не перестанет отходить краситель. Затем стекло тщательно промывают водой и докрашивают от 1 до 2 мин фуксином Циля, разведенным 1:10 дистиллированной водой. После промывки и просушивания препарата мазок микроскопируют.

Экспресс-метод окраски по Граму.

Приготовление реактива № 1: —0,5%-ный спиртовой раствор кристаллического фиолетового.

Приготовление реактива № 2: в 100 мл этилового спирта ректификованного растворяют 0,4 г йодистого калия, нагревают на водяной бане или оставляют на сутки при комнатной температуре. Затем прибавляют 0,2 г кристаллического йода и 0,1 г основного фуксина. Хранить во флаконе из темного стекла.

На обезжиренное спиртом предметное стекло наносят петлей одну каплю дистиллированной воды (при приготовлении препа-

* Вместо карболового раствора генциана фиолетового и фуксина Циля допускается использовать полоски фильтровальной бумаги, пропитанные соответствующими растворами и высушенные.

рата из колоний и плотных средах) или одну каплю бульонной культуры. В каплю дистиллированной воды вносят небольшое количество микробных клеток из анализируемой колонии или газона чистой культуры на плотной среде. Затем в каплю вносят петлей одну каплю реактива № 1, распределяют смесь по стеклу и подсушивают мазок при комнатной температуре. Затем фиксируют на пламени горелки, промывают водой, просушивают фильтровальной бумагой и наносят реактив № 2, покрывая им всю поверхность стекла, на 1—5 мин (продолжительность окраски не влияет на ее результат). Тщательно и быстро прополаскивают препарат водой, просушивают фильтровальной бумагой, микроскопируют. При приготовлении на одном стекле нескольких мазков на лицевую сторону стекла наносят восковым карандашом линии, делящие поверхность стекла на необходимое количество квадратов.

3.3.15. Приготовление реактива для определения оксидазной активности бактерий

30—40 мг α -нафтола растворяют в 2,5 мл ректификованного этилового спирта, прибавляют 7,5 мл дистиллированной воды и растворяют 40—60 мг диметил-п-фенилендиамина. Раствор готовят непосредственно перед определением.

Оксидазный тест предназначен для дифференциации бактерий семейства Enterobacteriaceae от грамотрицательных бактерий семейства Pseudomonadaceae и других водных сапрофитных бактерий, которые обладают активным ферментом оксидаз и окисляют фенилендиаминовые соединения до индофенола ярко-сине-го цвета.

3.3.15.1. Поставка оксидазного теста при работе методом мембранных фильтров.

Мембранный фильтр с выросшими на нем колониями бактерий переносят пинцетом, не переворачивая, на кружок фильтровальной бумаги несколько большего диаметра, чем фильтр, обильно смоченный реактивом. Через 2—4 мин определяют результат. Все посиневшие колонии или с синим ободком не относятся к семейству Enterobacteriaceae, их учитывают.

Колонии, не изменившие своего первоначального цвета, в подавляющем большинстве образованы бактериями группы кишечных палочек, но среди них могут быть кокки, спорообразующие и грамотрицательные палочки, не имеющие санитарно-показательного значения, которые не учитывают после микроскопирования и отсутствия образования газа на полужидкой среде с глюкозой при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$. Учитывая бактерицидность реактива для определения оксидазной активности, мембранный фильтр сразу же после четкого проявления реакции переносят обратно на среду Эндо и немедленно (не позднее чем через 5 мин) пересевляют оксидазоотрицательные колонии в полужидкую среду с глюкозой.

3.3.15.2. Постановка оксидазного теста при работе бродильным методом

По 2—3 изолированных колонии каждого типа, выросших на секторах среды Эндо, снимают петлей или стеклянной палочкой и наносят штрихом на фильтровальную бумагу, смоченную реактивом. В месте нанесения бактериальной массы бумага не изменяет цвета, если оксидазный тест отрицательный, и синеет в течение 1 мин, если бактерии имеют активную оксидазу. Исследование изолированных колоний является обязательным, иначе можно необоснованно отбросить кишечную палочку при ложном посинении за счет примеси оксидазоположительных бактерий.

Примечание. Если оксидазный тест со среды Эндо проявляется недостаточно четко из-за того, что мешают ингибиторы (это относится в основном к темно-красным колониям), то для получения правильного результата такие колонии можно пересеять на сектора или на скошенный питательный агар и после подрашивания повторить оксидазный тест.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определение общего количества бактерий в воде

Сущность метода заключается в определении в 1 мл воды общего содержания мезофильных, мезотрофных аэробов и факультативных анаэробов, способных расти на питательном агаре данного состава при температуре $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в течение 24 ± 2 ч, образуя колонии, видимые при увеличении в 2—5 раз.

4.1.1. Питательный агар расправляют в водяной бане и охлаждают до температуры $45 \pm 5^\circ \text{C}$.

4.1.2. Стерильные чашки Петри раскладывают на столе и подписывают на крышках номер пробы, дату посева и объема посеянной воды.

4.1.3. Из каждой пробы должен быть сделан посев не менее двух различных объемов, выбранных с таким расчетом, чтобы на чашках выросло от 30 до 300 колоний. При исследовании водопроводной воды засевают в каждую из двух чашек по 1 мл.

4.1.4. С флаконов с пробой воды снимают бумажные колпачки, вынимают пробки, горлышки фламбируют, после чего воду тщательно перемешивают осторожным продуванием воздуха через стерильную пипетку.

4.1.5. Стерильной пипеткой отбирают соответствующие объемы воды и вносят в стерильные чашки, слегка приоткрывая крышку.

4.1.6. Для посева 0,1 мл и меньших объемов воды используют разведение анализируемой воды. Для этого в пробирку с 9 мл стерильной воды, приготовленной по п. 3.3.1, вносят 1 мл анализируемой воды. При этом пипетка должна быть опущена ниже поверхности воды не более чем на 3 мм, чтобы избежать смывания

бактерий с наружной стороны. Другой стерильной пипеткой продуванием воздуха тщательно перемешивают содержимое пробирки, отбирают из нее 1 мл и переносят в чашку, что будет соответствовать посеву 0,1 мл анализируемой воды. При необходимости посева меньших объемов воды, этой же пипеткой переносят 1 мл содержимого первой пробирки в следующую с 9 мл стерильной воды. Посев 1 мл из второй пробирки будет соответствовать посеву 0,01 мл анализируемой воды и т. д.

4.1.7. После внесения воды в чашки Петри ее заливают 10—12 мл остуженного питательного агара при фламбировании краев пробирки или бутылки, где он содержится.

Воду быстро смешивают с агаром, осторожно наклоняя или вращая чашку по поверхности стола. Необходимо избегать образования пузырьков воздуха, незалитых частей дна чашки, попадания среды на края и крышку чашки. После этого чашки оставляют на горизонтальной поверхности до застывания среды.

4.1.8. После застывания агара чашки с посевами помещают в термостат вверх дном не более чем по 3—4 чашки вместе. Посевы выращивают при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в течение 24 ± 4 ч.

4.1.9. Колонии, выросшие как на поверхности, так и в глубине агара, подсчитывают при помощи лупы с увеличением в 2—5 раз или прибора для счета колоний. Для этого чашку кладут вверх дном на черный фон. Для большей точности счета каждую подсчитанную колонию отмечают со стороны дна тушью или чернилами для стекла.

4.1.10. Оценивают только те разведения, при посеве которых на чашке выросло от 30 до 300 колоний. При посеве 1 мл неразведенной пробы учитывают любые количества колоний, но не превышающие 300.

Если в чашке с наиболее высоким разведением выросло свыше 300 колоний и анализ нельзя повторить, то допускается подсчитывать колонии при помощи пластинки с сеткой и лупы при сильном боковом освещении. Подсчитывают не менее 20 квадратов площадью 1 см² каждый в разных местах чашки, затем выводят среднее арифметическое число колоний на 1 см², величину которого умножают на площадь чашки в см², вычисленную по формуле

$$S = \pi r^2.$$

4.1.11. Результат подсчета колоний в каждой чашке выражают в количестве бактерий на 1 мл анализируемой воды с учетом посеянного объема. За окончательное количество бактерий принимают среднее арифметическое результата подсчета на двух параллельных чашках или разных разведений. Результаты округляют следующим образом:

если результат находится в пределах чисел от 1 до 100, то записывают те числа, которые получены; если результат находится

в пределах чисел от 101 до 1000, то результат округляют до 10; если результат находится в пределах чисел от 1001 до 10000, то результат округляют до 100 и т. д.

4.1.12. Количество колоний учитывают, ориентируясь на одну чашку в случаях: если на другой чашке при посеве из разведения выросло менее 20 колоний; при ползучем росте бактерий, распространившимися на всю поверхность чашки или значительные зоны и маскирующим ростом других колоний; при количестве колоний свыше 300.

Счетную пластинку рекомендуется применять при подсчете количества колоний, когда на обеих чашках отмечен ползучий рост.

При этом просчитывают квадраты на свободных от сплошного роста местах чашки.

4.1.13. Окончательный результат заносят в протокол анализа или в журнал регистрации, где должны быть приведены сведения из сопроводительного документа к пробе воды. Кроме того, отмечают особые обстоятельства анализа (превышение срока хранения пробы, изменение температуры и времени инкубации посевов, применение заменителей при приготовлении питательных сред и прочие вынужденные отклонения).

4.2. Определение количества бактерий группы кишечных палочек

К бактериям группы кишечных палочек относятся грамотрицательные, не образующие спор палочки, сбраживающие лактозу с образованием кислоты и газа при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в течение 24—48 ч или сбраживающие глюкозу с образованием кислоты и газа при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в течение 24 ч и не обладающие оксидазной активностью.

Обнаружение в воде бактерий группы кишечных палочек следует рассматривать как показатель фекального загрязнения воды, а их количество позволяет судить о степени этого загрязнения.

Количество бактерий группы кишечных палочек определяют методом мембранных фильтров и бродильным методом.

Метод мембранных фильтров

Сущность метода заключается в концентрировании бактерий из определенного объема анализируемой воды на мембранный фильтр, выращивании их при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ на среде Эндо, дифференцировании выросших колоний и подсчета количества бактерий группы кишечных палочек на 1 л воды.

4.2.1. Подготовка к анализу

При анализе воды, поступающей в водопроводную сеть и в наиболее характерных ее точках необходимо анализировать объем не менее 333 мл, профильтровывая этот объем не менее чем через два фильтра.

На этапах очистки анализируют не менее двух десятикратных объемов воды, выбранных в зависимости от ее качества таким образом, чтобы на одном из фильтров выросло не более 30 колоний бактерий группы кишечных палочек. При этом необходимо ориентироваться на результаты предыдущих анализов воды в этих же пунктах (например, для воды после первичного хлорирования могут быть выбраны объемы 10 и 100 мл; для воды не обеззараженной 0,1, 1 и 10 мл).

При анализе воды неизвестного качества следует засеивать 3—4 десятикратных объема (например, из водопроводной сети можно фильтровать 3; 30; 100; 200 мл воды; по этапам очистки—0,1; 1; 10; 100 мл воды).

4.2.2. Подготовка мембранных фильтров

Мембранные фильтры № 2 или 3, а также планктонные фильтры № 6, проверенные на отсутствие трещин, отверстий и т. п., помещают по одному на поверхность дистиллированной воды, нагретой до 80°С в стакане (в чашке для выпаривания, эмалированной кастрюле), и медленно доводят до кипения на слабом огне, после чего воду заменяют и кипятят 10 мин. Смену воды и последующее кипячение повторяют 3—5 раз до полного удаления остатков растворителей из фильтров, после чего они готовы к работе. Подготовленные фильтры сохраняют сухими или в широкогорлой банке с дистиллированной водой. Перед употреблением фильтры стерилизуют кипячением в дистиллированной воде.

Фильтрующие мембраны «Владипор» марки МФА-МА №№ 5, 6, 7, 8 и 10, визуально проверенные на отсутствие трещин, отверстий, пузырей и т. п., стерилизуют кипячением. При этом во избежание скручивания мембран необходимо строго соблюдать следующие правила. На дно сосуда, в котором производят кипячение (химический стакан, эмалированная кастрюля и т. п.), помещают «сторож для молока» или нержавеющую сетку (для ограничения бурного кипения). Дистиллированную воду заливают в этот сосуд в небольшом объеме, ограничивающем свободное вращение в ней фильтрующих мембран, но достаточном для того, чтобы предназначенные для стерилизации фильтрующие мембраны были покрыты водой. Дистиллированную воду доводят в сосуде до 80—90°С, после чего, убавив нагрев, на поверхность воды по одной помещают фильтрующие мембраны. Воду, с помещенными в нее мембранами, медленно доводят до кипения и кипятят на слабом огне в течение 10—15 мин. Затем воду сливают и заменяют небольшим количеством (чтобы покрыть фильтрующие мембраны) стерильной дистиллированной воды. После этого фильтрующие мембраны готовы к употреблению. При необходимости может производиться повторное кипячение фильтрующих мембран.

(Измененная редакция. — «Информ. указатель стандартов» № 10 1982 г.).

4.2.3. Подготовка фильтровального аппарата к анализу

Перед посевом воды фильтровальный аппарат стерилизуют фламбированием после обтирания ватным тампоном, смоченным спиртом. После охлаждения на нижнюю часть фильтровального аппарата (столик) кладут фламбированным пинцетом стерильный мембранный фильтр, прижимают его верхней частью прибора (стаканом, воронкой) и закрепляют устройством, предусмотренным конструкцией прибора.

4.2.4. Фильтрация воды

В воронку (стакан) фильтровального прибора при соблюдении правил стерильности наливают необходимый объем воды и создают вакуум в приемном сосуде. Фильтруют сначала меньшие, а затем большие объемы воды через один фильтровальный аппарат, меняя каждый раз фильтры. При фильтровании небольших объемов воды (1 мл) в воронку сначала наливают 10 мл стерильной воды, а затем вносят анализируемую воду.

После окончания фильтрования воронку снимают, фильтр осторожно приподнимают за край фламбированным пинцетом при сохранении вакуума для удаления излишка влаги на нижней стороне фильтра, а затем переносят его, не переворачивая, на среду Эндо, разлитую в чашку Петри, избегая пузырьков воздуха между средой и фильтром. Поверхность фильтра с осевшими на ней бактериями должна быть обращена вверх.

Под каждым фильтром на дне чашки делают надпись с указанием объема профильтрованной воды, даты посева и номера пробы. На одну чашку можно поместить 3—4 фильтра с условием, чтобы фильтры не соприкасались.

4.2.5. Если анализируемая вода содержит большое количество взвешенных веществ или клеток фитопланктона, то ее фильтруют сначала через предварительный фильтр 6, для удаления крупной взвеси. Для этого фильтр № 6 помещают в фильтровальный прибор над фильтром № 2 или 3. После окончания фильтрования оба фильтра переносят в среду Эндо. При выведении результатов анализа учитывают рост бактерий на обоих фильтрах.

При работе с фильтрующими мембранами «Владипор» марки МФА-МА в качестве предварительной мембраны для удаления крупной взвеси используют мембрану «Владипор» марки МФА-МА № 10, которую помещают в фильтровальный прибор над основной мембраной, задерживающей бактерии группы кишечной палочки. В качестве основной используется фильтрующая мембрана «Владипор» марки МФА-МА №№ 5, 6, 7 или 8. После окончания фильтрования предварительную и основную мембраны переносят на среду Эндо. При определении результатов анализа учитывают рост бактерий на обеих фильтрующих мембранах.

(Измененная редакция. — «Информ. указатель стандартов» № 10 1982 г.).

4.2.6. Чашки с фильтрами на среде Эндо помещают в термостат дном вверх и инкубируют при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в течение 18—24 ч.

4.2.7. Обработка результатов

При отсутствии каких-либо колоний на фильтрах или при наличии только пленчатых, губчатых, с неровной поверхностью и краями, плесневых и других, не характерных для кишечных палочек колоний дают отрицательный результат на присутствие бактерий группы кишечных палочек в анализируемом объеме воды. Анализ на этом этапе заканчивают через 18—24 ч.

4.2.8. При наличии на фильтрах колоний, характерных для кишечных палочек (темно-красных с металлическим блеском и без него, розовых, прозрачных), из нескольких колоний каждого типа готовят мазки, окрашивают по Граму и микроскопируют. Отсутствие в мазках грамотрицательных неспороносных палочек дает отрицательный ответ. Анализ на этом заканчивают через 18—24 ч.

4.2.9. При наличии в мазках грамотрицательных, коротких, полиморфных, не образующих спор палочек (возможны удлинённые нитевидные формы, а также крупные палочки, полярно окрашенные) выполняют оксидазный тест (п. 3.3.15.1).

4.2.10. Наличие активной оксидазы у всех колоний, кроме перечисленных в п. 4.2.7, позволяет дать отрицательный результат.

4.2.11. Отсутствие оксидазы у темно-красных с металлическим блеском и без него (лактозоположительных) колоний позволяет отнести их к бактериям группы кишечных палочек и немедленно дать положительный ответ.

Анализ питьевой воды может быть завершён на этом этапе, если нет других колоний, не обладающих оксидазной активностью.

Анализ воды по этапам очистки заканчивают через 18—24 ч подсчётом этих колоний для вычисления коли-индекса.

4.2.12. При наличии на фильтрах розовых и бесцветных колоний с отрицательной оксидазной активностью их подсчитывают и подтверждают принадлежность к бактериям группы кишечных палочек посевом 2—3 изолированных колоний каждого типа в полужидкую среду с глюкозой. Учёт производят через 4—5 ч инкубации при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$. При образовании кислоты и газа результат анализа считают положительным. При отсутствии кислоты и газа получают отрицательный результат. Анализ заканчивают через 24—28 ч.

При наличии только кислоты пробирки оставляют в термостате для окончательного учёта через 24 ч. При отсутствии газообразования через 24 ч получают окончательный отрицательный результат, при наличии газообразования — положительный результат.

4.2.13. Вычисление коли-индекса

Результат выражают в виде коли-индекса, т. е. количества бактерий группы кишечных палочек в 1 л воды. Питьевая вода удов-

летворяет требованиям ГОСТ 2874—73, если коли-индекс не превышает 3.

Коли-индекс высчитывают следующим образом: количество бактерий группы кишечных палочек, выросших в анализируемом объеме воды, умножают на 1000 мл и делят на этот объем воды.

При отсутствии на фильтрах бактерий группы кишечных палочек коли-индекс будет меньше той величины, которая была бы определена в случае обнаружения в анализируемом объеме одной клетки кишечной палочки.

Пример 1. При посеве 300 мл воды не выросло ни одной колонии. $(1 \times 1000) : 300 = 3$ Коли-индекс менее 3.

При наличии бактерий группы кишечных палочек вычисляют коли-индекс, учитывая весь объем анализируемой воды.

Пример 2. При посеве трех объемов воды на 100 мл на одном фильтре выросло три колонии бактерий группы кишечных палочек, на двух других нет роста; коли-индекс равен $(3 \times 1000) : 300 = 10$. При посеве 10 и 100 мл воды на одном фильтре выросла одна колония, на другом выросло пять колоний; коли-индекс равен $(6 \times 1000) : 110 = 54$.

Если на одном из фильтров сплошной рост бактерий и подсчет их невозможен, тогда в расчет принимают тот объем воды, при фильтровании которого на фильтре выросли изолированные колонии.

Пример 3. В 100 мл — сплошной рост, в 10 мл — 12 бактерий группы кишечных палочек; коли-индекс равен $(12 \times 1000) : 10 = 1200$.

При подсчете коли-индекса в пробах воды не обеззараженной с большим фекальным загрязнением, когда для анализа профильтровывают объем воды менее 10 мл или ее разведения, то для учета выбирают тот фильтр, на котором выросло не менее 10 и не более 30 изолированных колоний кишечных палочек. Количество колоний на нем, относимых к бактериям группы кишечных палочек, пересчитывают на 1 л с учетом только того объема воды, который профильтрован через этот фильтр.

Если на всех фильтрах получен более густой рост и анализ невозможно повторить, то допускается подсчет колоний на фильтре с наименьшим разведением, но с записью в протоколе исследования и в журнале регистрации.

Результат в виде коли-индекса заносят в журнал регистрации и в протокол анализа, где помечают особые обстоятельства, имевшие место при анализе воды (отклонения в температуре инкубации, составе используемых сред, особенно добавки в среду Эндо и т. п.).

Бродильный метод

Сущность метода заключается в посеве определенных объемов анализируемой воды и подращивании при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в средах накопления с последующим высевом бактерий на плотную среду Эндо, дифференцировании выросших бактерий и определении наиболее вероятного числа бактерий группы кишечных палочек в 1 л воды по таблицам.

4.2.14. Подготовка к анализу:

а) при исследовании на этапах очистки и обеззараживания засевают 100,0; 10,0; 1,0 и 0,1 мл воды;

б) на выходе в водопроводную сеть и в наиболее характерных ее точках засевают три объема по 100,0 мл, три объема по 10,0 мл и три объема по 1,0 мл.

4.2.15. Указанные в п. 4.2.14 объемы воды помещают во флаконы и пробирки с глюкозо-пептонной или лактозо-пептонной средой и индикатором, снабженные поплавками или комочками ваты, погруженными на дно сосуда. Посев 100,0 и 10,0 мл воды производят во флаконы и пробирки соответственно с 10,0 и 1,0 мл концентрированной среды; посев 1,0 и 0,1 мл воды в пробирки с 10,0 мл среды нормальной концентрации. Посевы инкубируют 24 ч при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$. Отсутствие помутнения и образования кислоты и газа во флаконах и пробирках позволяет получить отрицательный результат на наличие бактерий группы кишечных палочек в исследованном объеме воды и закончить исследование через 24 ч.

4.2.16. Из каждого флакона, где отмечено помутнение, кислота и газ, а также помутнение и кислота при использовании глюкозо-пептонной среды или помутнение при использовании лактозо-пептонной среды, высевают петлей штрихами на поверхность среды Эндо, разделенной на 3—4 сектора. Посевной материал следует брать с таким расчетом, чтобы получить изолированные колонии. При получении сплошного роста необходимо рассеивать посевной материал на чашку со средой Эндо для выделения изолированных колоний. Чашки помещают крышками вниз в термостат и инкубируют 16—18 ч при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

4.2.17. При отсутствии роста колоний на секторах среды Эндо, а также при наличии пленчатых, губчатых, с неровными краями и поверхностью, плесневых и других не характерных для кишечных палочек колоний получают отрицательный результат.

4.2.18. Если при высеve из флаконов и пробирок, где отмечено помутнение, кислота и газ на секторах среды Эндо выросли темно-красные с металлическим блеском и без него (лактозоположительные) колонии, то их принадлежность к бактериям группы кишечных палочек подтверждают микроскопированием и постановкой оксидазного теста по п. 3.3.15.1.

Наличие грамотрицательных палочек в мазках и отрицатель-

ный оксидазный тест позволяют немедленно дать положительный ответ о наличии бактерий группы кишечных палочек в анализируемом объеме воды. Анализ воды по этапам очистки заканчивают учетом результатов по наличию или отсутствию на подтверждающей среде Эндо темно-красных колоний грамотрицательных палочек, не обладающих оксидазной активностью.

4.2.19. При анализе питьевой воды учитывают и те сектора, где выросли только розовые и бесцветные колонии, или где темно-красные колонии оказались оксидазоположительными. В этом случае из двух-трех разного типа колоний каждого сектора готовят мазки, окрашивают по Граму и микроскопируют, а также проверяют оксидазную активность по п. 3.3.15.2.

4.2.20. При наличии только грамположительных спорообразующих бактерий получают отрицательный результат.

4.2.21. Наличие активной оксидазы у всех бактерий, посеянных из флаконов или пробирок, кроме перечисленных в п. 4.2.17, позволяет также получить отрицательный результат. Анализ во всех этих случаях заканчивают через 40—42 ч.

4.2.22. При росте на секторах оксидазоотрицательных не окрашивающихся по Граму палочек две-три изолированные колонии разного типа с каждого сектора засевают в полужидкую среду с глюкозой и инкубируют 4—5 ч при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

При наличии кислоты и газа получают положительный результат. При отсутствии кислоты и газа получают отрицательный результат, анализ заканчивают через 44—48 ч.

При наличии только кислоты пробирки оставляют на 24 ч для окончательного учета. При отсутствии газообразования через 24 ч получают окончательный отрицательный результат, при наличии газа — положительный результат.

Примечание. Допускается высев из пробирок и флаконов производить на среду Эндо с добавкой молока или желатина, что даст возможность дифференцировать бактерии группы кишечных палочек от других водных сапрофитов, обладающих протеолитической активностью.

В готовую среду Эндо перед разливкой в чашки помимо 0,2 мл 10%-го спиртового раствора основного фуксина и 0,2 мл 5%-го спиртового раствора розовой кислоты вводят 10 мл стерильного снятого молока (можно использовать сухое молоко, приготовленное по прописи на этикетке, или 15 мл стерильного 30%-го водного раствора желатина на 100 мл среды. При изготовлении среды Эндо следует учитывать воду, вводимую впоследствии с молоком или желатином. Вокруг колоний микробов, обладающих протеолитической активностью, образуются зоны просветления в результате преципитации при выпадении в осадок параказеина или углубления (кратеры) при разжижении желатина. В последнем случае после 16—18 ч инкубации чашки вынимают из термостата и оставляют на 1—2 ч при температуре 20°C или в холодильнике для образования кратеров.

В этом случае о наличии на секторах среды Эндо бактерий группы кишечных палочек судят по обнаружению колоний грамотрицательных неспороносных палочек, сбрасывающих глюкозу до кислоты и газа при $37 \pm 0,5^\circ \text{C}$ и не обладающих протеолитической активностью.

4.2.23. Результат анализа выражают в виде коли-индекса (наиболее вероятное число бактерий группы кишечных палочек в 1 л воды), величину которого определяют по таблицам приложения. При анализе питьевой воды на выходе в водопроводную сеть и из нее коли-индекс определяют по табл. 1 и 2 приложения. При анализе воды на этапах очистки и обеззараживания коли-индекс определяют по табл. 3 приложения.

4.3. Дополнительные исследования на наличие бактерий—показателей свежего фекального загрязнения

При обнаружении бактериального загрязнения воды свыше допустимых норм должен производиться повторный отбор проб с дополнительным их исследованием на наличие бактерий—показателей свежего фекального загрязнения.

Свежее фекальное загрязнение в воде устанавливают, определяя наличие кишечных палочек (преимущественно *Escherichia coli*), обладающих способностью ферментировать лактозу до кислоты и газа при $43 \pm 0,5^\circ \text{C}$ в присутствии ингибиторов посторонней микрофлоры.

4.3.1. *Дополнительные исследования при работе методом мембранных фильтров*

Если при повторном исследовании воды обнаружены на фильтрах темно-красные с металлическим блеском и без него (лактозоположительные) колонии бактерий группы кишечных палочек, то параллельно с определением коли-индекса эти колонии (но не более 15) засевают в лактозную среду с борной кислотой, предварительно нагретую на водяной бане до $43 \pm 0,5^\circ \text{C}$. Затем засеянные пробирки вместе с баней переставляют в термостат и инкубируют 24 ч при $43 \pm 0,5^\circ \text{C}$. Наличие мути и газа указывают на присутствие в воде бактерий—показателей свежего фекального загрязнения. Признаки роста (помутнение) без образования газа по внимание не принимают.

Вместо лактозной среды с борной кислотой можно использовать желчно-лактозную среду с бриллиантовым зеленым, инкубируя посевы при $44,5 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

4.3.2. *Дополнительные исследования при работе бродильным методом*

Если при повторном исследовании на секторах среды Эндо выросли темно-красные колонии с металлическим блеском и без него (лактозоположительные), то по две-три такие колонии с каждого сектора засевают в лактозную среду с борной кислотой или в желчно-лактозную среду с бриллиантовым зеленым. Анализ выполняют по п. 4.3.1.

При необходимости ускоренного анализа высев в эти лактозные среды можно производить параллельно с посевом на сектора

среды Эндо непосредственно из пробирок и флаконов, где обнаружены признаки роста, кислота и газообразование.

Примечание. Дополнительные исследования на наличие бактерий — показателей свежего фекального загрязнения можно выполнять не только во время повторных, но и первичных анализов при резком ухудшении санитарно-бактериологической характеристики воды.

4.3.3. В протоколе анализа необходимо указать величину коли-индекса, определяемую по основным методам и свидетельствующую о степени фекального загрязнения воды, а также наличие или отсутствие бактерий-показателей свежего фекального загрязнения, что устанавливается по дополнительным исследованиям.

4.3.4. При наличии на фильтрах или секторах среды Эндо бесцветных, прозрачных, нежных (реже слегка мутноватых) оксидозо-отрицательных колоний, необходимо их выделить и изучить для установления их принадлежности к патогенным бактериям кишечной группы.

ПОЯСНЕНИЯ К ПОЛЬЗОВАНИЮ ТАБЛИЦАМИ

Таблица 1 и 2 для вычисления результатов анализа водопроводной воды бродильным методом заимствованы из Международного стандарта качества питьевой воды (1964 г.) со следующим добавлением: введены индексы при всех положительных и всех отрицательных результатах и даны титры (т. е. наименьшее количество воды, в котором еще содержится хотя бы одна микробная клетка), которые рассчитаны по формуле

$$\text{титр} = \frac{1000}{\text{индекс}}.$$

По таблицам определяют наиболее вероятную величину индекса бактерий группы кишечных палочек, которая соответствует полученным комбинациям положительных и отрицательных результатов. Доверительные границы указывают бактериологу верхний и нижний пределы, в диапазоне которых может колебаться истинное количество бактерий с 95%-ной вероятностью. При получении результатов анализа доверительные границы не указывают.

Для определения индекса кишечных палочек на этапах очистки и обеззараживания рекомендуется пользоваться табл. 3 в соответствии с однорядовой схемой посева четырех десятикратных объемов воды. При таком ограниченном количестве анализируемых объемов доверительные границы не могут быть рассчитаны, результаты следует считать ориентировочными.

В случае, когда необходимо получить более точные результаты, необходимо применять схему трехрядного посева и пользоваться для расчета табл. 1 с доверительными границами. Наиболее достоверные результаты могут быть получены методом мембранных фильтров.

При анализе воды большей степени загрязнения уменьшают объемы анализируемой воды в 10 или 100 раз с тем, чтобы в последнем объеме получить отрицательные результаты. При этом соответственно увеличивают в 10 или 100 раз индекс и уменьшают в 10 или 100 раз титр.

Из таблицы исключены редко встречающиеся комбинации положительных и отрицательных результатов. Если при анализе они получены более чем в 1% случаев, то их следует отнести к техническим погрешностям анализа, выявить их причину и анализ повторить.

Таблица 1

**Определение индекса бактерий группы
кишечных палочек при исследовании 300 мл воды**

Количество положительных результатов анализа воды из:			Коли- индекс	Пределы индекса (доверительные границы)		Коли-титр
трех флако- нов по 100 мл	трех пробирок по 10 мл	трех пробирок по 1 мл		нижний	верхний	
0	0	0	Менее 3	—	—	Более 333
0	0	1	3	0,5	9	333
0	1	0	3	0,5	13	333
1	0	0	4	0,5	20	250
1	0	1	7	1	21	143
1	1	0	7	1	23	143

Продолжение табл. 1

Количество положительных результатов анализа воды из:			Коли-индекс	Пределы индекса (доверительные границы)		Коли-титр
трех флаконов по 100 мл	трех пробирок по 10 мл	трех пробирок по 1 мл		нижний	верхний	
1	1	1	11	3	36	91
1	2	0	11	3	36	91
2	0	0	9	1	36	111
2	0	1	14	3	37	72
2	1	0	15	3	44	67
2	1	1	20	7	89	50
2	2	0	21	4	47	48
2	2	1	28	10	149	86
3	0	0	23	4	120	43
3	0	1	39	7	130	26
3	0	2	64	15	379	16
3	1	0	43	7	210	23
3	1	1	75	14	230	13
3	1	2	120	30	380	8
3	2	0	93	15	380	11
3	2	1	150	30	440	7
3	2	2	210	35	470	5
3	3	0	240	36	1300	4
3	3	1	460	71	2400	2
3	3	2	1100	150	4800	0,9
3	3	3	Более 1100	—	—	Менее 0,9

Таблица 2

**Определение коли-индекса бактерий группы
кишечных палочек при исследовании 500 мл воды**

Количество положительных результатов анализа воды из пяти флаконов по 100 мл	Коли-индекс	Пределы индекса (доверительные границы)		Коли-титр
		нижний	верхний	
0	Менее 2	0,	6,0	Более 455
1	2	0,1	12,6	455
2	5	0,5	19,2	196
3	9	1,6	29,4	109
4	16	3,3	52,9	62
5	Более 16	8,0	—	Менее 62

Примечание. Данные таблицы могут быть применены в тех случаях, когда воду на выходе в водопроводную сеть или из нее исследуют в объеме 500 мл.

Таблица 3

Определение индекса бактерий группы
кишечных палочек при исследовании воды
по этапам очистки

Объем исследуемой воды, мл				Коли-индекс	Коли-титр
100	10	1,0	0,1		
—	—	—	—	Менее 9	Более 111
—	—	+	—	9	111
—	+	—	—	10	105
+	—	—	—	23	43
+	—	+	—	94	10
+	+	—	—	230	4
+	+	—	+	960	1
+	+	+	—	2380	0,4
+	+	+	+	Более 2380	Менее 0,4

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания сульфатов

Drinking water.
Methods determination
of sulfate contentГОСТ
4389—72Взамен
ГОСТ 4389—48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 28 ноября 1972 г. № 2145 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает методы определения содержания сульфатов.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания сульфатов не должен быть менее 500 мл.
- 1.3. Пробы, предназначенные для определения содержания сульфатов, не консервируют.

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД (АРБИТРАЖНЫЙ)

2.1. Сущность метода

Определение содержания сульфатов основано на осаждении в кислой среде ионов SO_4^{2-} хлористым барием в виде сернокислого бария. Точность определения ± 2 мг/л SO_4^{2-} .

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Баня водяная.

Электроплитка.

Печь муфельная (800° С).

Щипцы тигельные.

Фотоэлектроколориметр.

Кювета $l=20$ мм.

Эксикатор.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74, вместимостью: пипетки 50 и 100 мл без делений, пипетки 5 и 10 мл с делениями на 0,1 мл, цилиндры мерные 10 мл.

Колбы мерные вместимостью 250, 500 и 1000 мл.

Стаканы химические вместимостью 250, 400 и 600 мл по ГОСТ 25336—82.

Капельницы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82.

Пробирки колориметрические с притертой пробкой и отметкой на 10 мл по ГОСТ 25336—82.

Палочки стеклянные.

Стекла часовые.

Фильтры беззольные «синяя лента».

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Тигли лабораторные.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145—74.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164—75.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации «чистые для анализа».

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление основного стандартного раствора сернокислого калия

0,9071 г K_2SO_4 растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. 1 мл раствора содержит 0,5 мг сульфат-иона (SO_4^{2-}).

2.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислого калия

Основной раствор разбавляют 1:10 дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,05 мг сульфат-иона.

2.3.3. Приготовление 5%-ного раствора хлористого бария

5 г $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 мл. Раствор фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента».

2.3.4. Приготовление 1,7%-ного раствора азотнокислого серебра

8,5 г $AgNO_3$ растворяют в 500 мл дистиллированной воды и подкисляют 0,5 мл концентрированной азотной кислоты.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Качественная проба

В колориметрическую пробирку диаметром 14—15 мм наливают 10 мл исследуемой воды, добавляют 0,5 мл соляной кислоты (1:5). Одновременно готовят стандартную шкалу. Для этого в такие же пробирки наливают 2, 4, 8 мл рабочего раствора сернокислого калия и 1,6; 3,2; 6,4 мл основного раствора K_2SO_4 и доводят дистиллированной водой до 10 мл, получая таким образом стандартную шкалу с содержанием: 10, 20, 40, 80, 160, 320 мг/л сульфат-иона. Прибавляют в каждую пробирку по 0,5 мл соляной кислоты (1:5), затем в исследуемую воду и образцовые растворы по 2 мл 5%-ного раствора хлористого бария, закрывают пробками, перемешивают и сравнивают со стандартной шкалой.

2.4.2. Количественное определение

В зависимости от предполагаемого содержания сульфат-иона (качественная проба) отмеривают 100—500 мл воды с таким расчетом, чтобы концентрация SO_4^{2-} не превышала 25—30 мг в 100 мл пробы. В случае необходимости воду разбавляют. К отмеренному объему профильтрованной исследуемой воды в стакан добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и соляную кислоту (1:1) до розовой окраски раствора. Смесь нагревают до кипения и выпаривают до 50 мл. Дают отстояться раствору, при наличии мути или хлопьев фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента». Фильтр промывают дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой, фильтрат вместе с промывными водами выпаривают в стакане до 50 мл. В кипящий раствор при помешивании приливают 10 мл горячего раствора хлористого бария. Раствор с осадком нагревают на горячей водяной бане. Когда раствор осветлился, проверяют полноту осаждения, прибавляя к прозрачному раствору 1—2 капли хлористого бария. Отсутствие мути указывает на полноту осаждения. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают 1—2 ч на горячей водяной или песчаной бане и оставляют до следующего дня при комнатной температуре. На следующий день раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр «синяя лента», который рекомендуется предварительно промыть горячей дистиллированной водой.

Осадок $BaSO_4$ несколько раз декантируют дистиллированной водой, отфильтровывая воду через беззольный фильтр «синяя лента», затем осадок количественно переносят на тот же фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлор-ион. К пробе фильтрата в пробирке прибавляют несколько капель раствора азотнокислого серебра.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный тигель, просушивают, обугливают на электроплитке, не допуская воспламенения, и затем прокаливают в муфеле при

температуре, не превышающей 800° С, и доступе воздуха до получения осадка белого цвета. Охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вновь прокаливают до постоянной массы.

2.5. Подсчет результатов

Содержание сульфатов (X), мг/л, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0,4115 \cdot 1000}{V},$$

где a — масса тигля с осадком, мг;

b — масса тигля, мг;

0,4115 — коэффициент для пересчета BaSO_4 на SO_4^{2-} ;

V — объем воды, взятый для определения, мл.

3. ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на определении сульфат-иона в виде BaSO_4 в солянокислой среде с помощью гликолевого реагента. Гликоль, введенный в реакционную смесь при осаждении сульфата бария, стабилизирует образующуюся суспензию BaSO_4 и делает возможным турбидиметрическое микроопределение сульфатов. Чувствительность метода 2 мг/л SO_4^{2-} .

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы по п. 2.2.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление основного стандартного раствора сернокислого калия по п. 2.3.1

3.3.2. Приготовление гликолевого реагента

Гликолевый реагент — раствор хлористого бария в смеси гликоля (этиленгликоль) и этанола (этиловый спирт). Для приготовления этого раствора смешивают один объем 5%-ного водного раствора хлористого бария с тремя объемами гликоля и тремя объемами 96%-ного этанола. Величину pH раствора регулируют соляной кислотой (1:1) в пределах 2,5—2,8 и оставляют раствор на 1—2 суток. Раствор устойчив в течение 3—6 месяцев.

3.4. Проведение анализа

К 5 мл исследуемой пробы или концентрата воды, отобранной в мерный цилиндр вместимостью 10 мл, прибавляют 1—2 капли соляной кислоты (1:1) и 5 мл гликолевого реагента, тщательно перемешивают. После 30 мин экспозиции измеряют оптическую плотность раствора фотоэлектроколориметром, в кюветах $l = 20$ мм и светофильтром с длиной волны 364 нм. Исследуемая проба воды с добавлением гликолевого реагента, приготовленного без BaCl_2 , является раствором сравнения. Содержание сульфатов находят по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой в ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4;

1,6; 1,8; 2,0 мл основного стандартного раствора K_2SO_4 (0,5 мг SO_4^{2-} в 1 мл) и доводят объем до метки дистиллированной водой. Приготовленные растворы содержат: 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10; 12; 14; 16; 18; 20 мг/л SO_4^{2-} . Отмеривают по 5 мл из каждого раствора в мерные цилиндры вместимостью 10 мл (или в мерные колориметрические пробирки с отметкой 10 мл).

В каждый цилиндр с образцовым раствором прибавляют 1—2 капли HCl (1:1) и 5 мл гликолевого реагента, тщательно перемешивают, через 30 мин измеряют оптическую плотность, затем строят калибровочный график. Оптимальные интервалы концентраций для турбидиметрического определения сульфат-иона находятся в пределах 2—25 мг/л. При концентрации SO_4^{2-} меньше 2 мг/л необходимо предварительное концентрирование пробы воды упариванием.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении ионов SO_4^{2-} хлористым барием. Осадок сернокислого бария растворяют в титрованном растворе трилона Б, избыток которого определяют титрованием раствором хлористого магния. Количество трилона Б, израсходованное на растворение сернокислого бария, эквивалентно количеству сульфат-ионов во взятом объеме воды. Точность метода $\pm 2,0$ мг/л SO_4^{2-} .

Оптимальные интервалы концентраций для комплексонометрического определения сульфат-ионов находятся в пределах 5—25 мг.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Баня водяная.

Электроплитка.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74, вместимостью: пипетки 10, 25 и 100 мл, колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 мл.

Бюретки вместимостью 25 мл с краном.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Фильтры беззольные бумажные «синяя лента».

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Магний хлористый по ГОСТ 4209—77.

Трилон Б по ГОСТ 10652—73.

Магний сернокислый фиксанал по ГОСТ 4523—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммиак по ГОСТ 3760—79.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Цинк металлический по ГОСТ 989—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Хромоген черный ЕТ-00.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

4.3. Подготовка к анализу

Все реактивы готовят на дважды перегнанной дистиллированной воде в стеклянном приборе (вода не должна содержать меди).

4.3.1. Приготовление 0,05 н. раствора хлористого бария

6,108 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и разбавляют раствор до 1 л в мерной колбе.

4.3.2. Приготовление 0,05 н. раствора хлористого магния

5,085 г $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Поправочный коэффициент (K) к нормальности раствора устанавливают по точному раствору трилона Б.

4.3.3. Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б

Растворяют 9,30 г трилона Б в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Титр раствора трилона Б устанавливают по раствору цинка или фиксаля сернокислого магния.

4.3.4. Приготовление 0,1 н. раствора хлористого цинка

Точную навеску 3,269 г чистого гранулированного цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в 30 мл разбавленной соляной кислоты (1:1). После растворения раствор охлаждают и разбавляют дистиллированной водой до метки. При этом получают 0,1 н. раствор хлористого цинка. В случае неточной навески цинка (меньшей или большей), взятую навеску делят на точную (3,269) и устанавливают поправочный коэффициент.

4.3.5. Приготовление аммиачного буферного раствора

Смешивают 100 мл 20%-ного раствора хлористого аммония с 100 мл 25%-ного аммиака, смесь доводят до 1 л дистиллированной водой. Раствор следует хранить в плотно закрытой склянке во избежание потерь аммиака.

4.3.6. Приготовление 9 н. раствора водного аммиака

67,0 мл 25%-ного раствора аммиака разбавляют дистиллированной водой до 100 мл.

4.3.7. Приготовление 0,01 н. раствора сернокислого магния

Готовят из фиксаля растворенном содержимого ампулы, прилагаемой к набору реактивов для определения жесткости, в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 1 л.

4.3.8. Приготовление хромоген черного ET-00

0,5 г индикатора растворяют в 20 мл аммиачного буферного раствора, доводят до 100 мл этиловым спиртом. Можно пользоваться сухим индикатором. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г предварительно тщательно растертого в ступке химически чистого хлористого натрия.

4.3.9. Установка поправочного коэффициента к нормальности трилона Б

В коническую колбу вносят 10 мл 0,1 н. раствора цинка или 50 мл 0,01 н. раствора сернокислого магния и разбавляют дистил-

лированной водой до 100 мл, добавляют 5 мл буферного раствора и 5—7 капель раствора индикатора (или ~0,1 г смеси сухого индикатора). Титруют при сильном взбалтывании трилоном Б до изменения окраски. В эквивалентной точке окраска должна быть синей с зеленым оттенком.

4.4. Проведение анализа

100 мл испытуемой воды (при необходимости концентрируют или разбавляют) помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл. В этой же колбе, если необходимо, выпариванием (не доводят до кипения) подкисленного раствора концентрируют SO_4^{2-} , подливая по мере выпаривания новую порцию испытуемой воды. Раствор подкисляют тремя каплями концентрированной соляной кислоты (до кислой реакции), прибавляют 25,0 мл 0,05 н. раствора хлористого бария, нагревают до кипения, кипятят 10 мин от начала кипения и оставляют на водяной бане около 1 ч.

Через 1 ч раствор фильтруют обычным способом через небольшой беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей дистиллированной водой. Фильтрование производят, по возможности, не перенося осадок сернокислого бария на фильтр. Колбу с осадком промывают 5—6 раз умеренно горячей водой (40—50°С), не счищая приставшего к стенкам колбы осадка, пропускают промывные воды через тот же фильтр. Фильтр с частью попавшего на него осадка BaSO_4 промывают 2—3 раза водой до отрицательной реакции на Cl^- . Когда вода стечет, осадок помещают в ту же колбу, в которой проводилось осаждение. Приливают 5 мл 9 н. раствора аммиака, фильтр осторожно разворачивают стеклянной палочкой и расправляют по дну колбы. Затем прибавляют 6 мл 0,05 н. раствора трилона Б на каждые 5 мг предполагаемого содержания сульфат-ионов во взятом для определения объеме испытуемой воды.

Содержание сульфат-ионов может быть приближенно определено предварительной качественной реакцией (см. раздел 2).

Содержимое колбы осторожно нагревают на песчаной бане до кипения и кипятят до растворения осадка (3—5 мин), держа колбу в наклонном положении, периодически перемешивая жидкость.

Раствор охлаждают, приливают 50 мл дистиллированной воды, 5 мл аммиачного буферного раствора и добавляют сухую смесь индикатора ~0,1 г (или прибавляют пять капель спиртового раствора индикатора). Избыток трилона Б титруют раствором хлористого магния до перехода синей окраски в лиловую.

1 мл 0,05 н. раствора трилона Б соответствует 2,4 мг SO_4^{2-} .

4.5. Подсчет результатов

Содержание сульфатов (X), мг/л, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(nK - mK_1) \cdot 2,4 \cdot 1000}{V},$$

где n — количество прибавленного раствора трилона Б, мл;
 K — поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;
 m — количество хлористого магния, израсходованное на титрование, мл;
 K_1 — поправочный коэффициент к нормальности раствора хлористого магния;
 V — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.
 При содержании в воде сульфатов SO_4^{2-} больше 250 мг/л пробу воды необходимо разбавить.

При содержании сульфатов меньше 50 мг/л необходимо брать для определения больший объем испытуемой воды и концентрировать его, как указано в п. 4.4.

Допустимые расхождения между повторными определениями сульфатов: 3—5 мг/л, если их содержание не превышает 25 мг/л; 5—10 мг/л, если их содержание не превышает 25—300 мг/л; при более высоких концентрациях — 3% отн.

Группа Н09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения вкуса, запаха,
цветности и мутности

Drinking water. Methods for determination
of odour, taste, colour and turbidity

ГОСТ
3351—74

Взамен
ГОСТ 3351—46

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 мая 1974 г. № 1309 срок введения установлен

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

с 01.07.75

до 01.07.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает органолептические методы определения запаха, вкуса и привкуса и фотометрические методы определения цветности и мутности.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды не должен быть менее 500 мл.

1.3. Пробы воды для определения запаха, вкуса, привкуса и цветности не консервируют. Определение производится не позднее, чем через 2 ч после отбора пробы.

2. ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАПАХА

2.1. Органолептическими методами определяют характер и интенсивность запаха.

2.2. Аппаратура, материалы

Для проведения испытаний используют следующую аппаратуру: колбы плоскодонные с притертыми пробками по ГОСТ 1770—74, вместимостью 250—350 мл;

стекло часовое;

баню водяную.

2.3. Проведение испытания.

2.3.1. Характер запаха воды определяют ощущением воспринимаемого запаха (землистый, хлорный, нефтепродуктов и др.).

2.3.2. Определение запаха при 20°С.

В колбу с притертой пробкой вместимостью 250—350 мл отмеривают 100 мл испытуемой воды с температурой 20°С. Колбу закрывают пробкой, содержимое колбы несколько раз перемешивают вращательными движениями, после чего колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха.

2.3.3. Определение запаха при 60°С.

В колбу отмеривают 100 мл испытуемой воды. Горлышко колбы закрывают часовым стеклом и подогревают на водяной бане до 50—60°С.

Содержимое колбы несколько раз перемешивают вращательными движениями.

Сдвигая стекло в сторону быстро определяют характер и интенсивность запаха.

2.3.4. Интенсивность запаха воды определяют при 20 и 60°С и оценивают по пятибалльной системе согласно требованиям табл. 1.

Таблица 1

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха, балл
Нет	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Запах не ощущается потребителем, но обнаруживается при лабораторном исследовании	1

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха, балл
Слабая	Запах замечается потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о воде	3
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от питья	4
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

3. ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВКУСА

3.1. Органолептическим методом определяют характер и интенсивность вкуса и привкуса.

Различают четыре основных вида вкуса: соленый, кислый, сладкий, горький.

Все другие виды вкусовых ощущений называются привкусами.

3.2. Проведение испытания

3.2.1. Характер вкуса или привкуса определяют ощущением воспринимаемого вкуса или привкуса (соленый, кислый, щелочной, металлический и т. д.).

3.2.2. Испытываемую воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая, задерживая 3—5 с.

3.2.3. Интенсивность вкуса и привкуса определяют при 20°С и оценивают по пятибалльной системе согласно требованиям табл. 2.

Таблица 2

Интенсивность вкуса и привкуса	Характер вкуса и привкуса	Оценка интенсивности вкуса и привкуса, балл
Нет	Вкус и привкус не ощущаются	0
Очень слабая	Вкус и привкус не ощущаются потребителем, но обнаруживаются при лабораторном исследовании	1
Слабая	Вкус и привкус замечаются потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Вкус и привкус легко замечаются и вызывают неодобрительный отзыв о воде	3
Отчетливая	Вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздержаться от питья	4
Очень сильная	Вкус и привкус настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦВЕТНОСТИ

Цветность воды определяют фотометрически — путем сравнения проб испытуемой жидкости с растворами, имитирующими цвет природной воды.

4.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытаний применяют следующие аппараты, материалы, реактивы:

фотоэлектроколориметр (ФЭК) с синим светофильтром (λ — 413 нм);

куветы с толщиной поглощающего свет слоя 5—10 см;

посуду мерную стеклянную лабораторную по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74;

колбы мерные вместимостью 1000 мл;

пипетки мерные вместимостью на 1, 5, 10 мл с делениями на 0,1 мл;

цилиндры Несслера на 100 мл;

калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75;

кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—78;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

фильтры мембранные № 4.

Все реактивы, используемые в анализе, должны быть квалификации чистые для анализа.

4.2. Подготовка к испытанию

4.2.1. Приготовление основного стандартного раствора (раствор № 1)

0,0875 г двуххромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$), 2,0 г сернокислого кобальта ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) и 1 мл серной кислоты (плотностью 1,84 г/см³) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 л. Раствор соответствует цветности 500°.

4.2.2. Приготовление разбавленного раствора серной кислоты (раствор № 2).

1 мл концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ доводят дистиллированной водой до 1 л.

4.2.3. Приготовление шкалы цветности

Для приготовления шкалы цветности используют набор цилиндров Несслера вместимостью 100 мл.

В каждом цилиндре смешивают раствор № 1 и раствор № 2 в соотношении, указанном на шкале цветности (табл. 3).

Раствор в каждом цилиндре соответствует определенному градусу цветности. Шкалу цветности хранят в темном месте. Через каждые 2—3 месяца ее заменяют.

4.2.4. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строится по шкале цветности. Полу-

Таблица 3

Шкала цветности

Раствор № 1, мл	0	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14
Раствор № 2, мл	100	99	98	97	96	95	94	92	90	88	85
Градусы цветности	0	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70

ценные значения оптических плотностей и соответствующие им градусы цветности наносят на график.

4.2.5. Проведение испытаний

В цилиндр Несслера отмеривают 100 мл профильтрованной через мембранный фильтр исследуемой воды и сравнивают со шкалой цветности, производят просмотр сверху на белом фоне. Если исследуемая проба воды имеет цветность выше 70°, пробу следует разбавить дистиллированной водой в определенном соотношении до получения окраски исследуемой воды, сравниваемой с окраской шкалы цветности.

Полученный результат умножают на число, соответствующее величине разбавления.

При определении цветности с помощью электроколориметра используются кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 5—10 см. Контрольной жидкостью служит дистиллированная вода, из которой удалены взвешенные вещества путем фильтрации через мембранные фильтры № 4.

Оптическая плотность фильтрата исследуемой пробы воды измеряется в синей части спектра со светофильтром при λ — 413 нм.

Цветность определяют по градуировочному графику и выражают в градусах цветности.

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МУТНОСТИ

5.1. Определение мутности производят не позднее, чем через 24 ч после отбора пробы.

Проба может быть законсервирована добавлением 2—4 мл хлороформа на 1 л воды.

Мутность воды определяют фотометрическим путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями.

5.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытаний применяют следующие аппараты, материалы, реактивы:

фотоэлектроколориметр марок ФЭК Н-57, ФЭК-60 с зеленым светофильтром (λ — 530 нм);

кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 5—10 см;
посуду мерную стеклянную лабораторную по ГОСТ 1770—74
и ГОСТ 20292—74;

цилиндры мерные вместимостью 1000 и 500 мл;
пипетки мерные вместимостью 1—2 мл с делениями на 0,01 мл
и 5 и 10 мл с делениями на 0,1 мл;

пипетки мерные без делений вместимостью 25 и 100 мл;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

каолин;

трепел;

ступку агатовую или фарфоровую;

сито шелковое, диаметр отверстий 0,1 мм;

фильтр мембранный № 4.

5.3. Подготовка к испытанию

Стандартные суспензии могут быть изготовлены из каолина или трепела.

5.3.1. Приготовление основной стандартной суспензии из каолина

Каолин просеивают через шелковое сито с диаметром отверстий 0,1 мм.

25—30 г каолина хорошо взбалтывают с 3—4 л дистиллированной воды и оставляют стоять 24 ч. Через 24 ч сифоном, не взмучивая осадка, отбирают среднюю неосветлившуюся часть жидкости. К оставшейся части вновь приливают воду, сильно взбалтывают, снова оставляют в покое на 24 ч и вновь отбирают среднюю неосветлившуюся часть. Так повторяют до тех пор, пока не накопится достаточное количество суспензии с неосаждающейся мутью в течение 3 суток. Затем удаляют жидкость над осадком, как содержащую слишком мелкие частицы.

Из полученного осадка готовят основную стандартную суспензию так, чтобы в 1 л ее содержалось 100 мг взвеси каолина.

Основную стандартную суспензию консервируют сулемой (1 мл насыщенного раствора сулемы на 1 л суспензии) и проверяют концентрацию путем взвешивания до постоянной массы.

Для проверки концентрации отбирают 250 мл суспензии, фильтруют через промытый беззольный фильтр, осадок промывают, высушивают и прокаливают до постоянной массы.

Полученная таким образом суспензия и консервированная сулемой хранится несколько месяцев.

5.3.2. Приготовление рабочих стандартных суспензий

Для приготовления рабочих стандартных суспензий мутности основную суспензию взбалтывают и точно отмеренное ее количество разбавляют дистиллированной водой с нулевой мутностью.

Все рабочие суспензии консервируют сулемой (1 мл насыщенного раствора сулемы на 1 л суспензии).

Готовят следующие рабочие стандартные суспензии: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 5,0 мг/л.

5.3.3. Приготовление основных стандартных суспензий из трепела

Трепел, не содержащий железа, прокаливают, промывают дистиллированной водой, высушивают и вновь прокаливают. Прокаленный трепел, состав которого принимают равным 100% SiO_2 , очень тонко растирают в агатовой или фарфоровой ступке.

1,25 г растертого трепела в мерном цилиндре смешивают с 250 мл дистиллированной воды. Смесь тщательно сверху отбирают 200 мл суспензии.

В 25 мл полученной суспензии весовым методом после выпаривания и высушивания при 105°C определяют (количественное) содержание SiO_2 .

5.3.4. Приготовление рабочих стандартных суспензий

Рабочие стандартные суспензии из трепела готовят разбавлением основной стандартной суспензии дистиллированной водой с нулевой мутностью.

Готовят рабочие стандартные суспензии согласно п. 5.3.1.

5.3.5. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят по стандартным рабочим суспензиям. Полученные значения оптических плотностей и соответствующие им концентрации стандартных суспензий (мг/л) наносят на график.

5.4. Проведение испытания

Перед проведением испытания во избежание ошибок производят калибровку фотоколориметров по жидким стандартным суспензиям мутности или по набору твердых стандартных суспензий мутности с известной оптической плотностью.

В кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5—10 см вносят хорошо взболтанную испытуемую пробу, измеряют оптическую плотность в зеленой части спектра (λ —530 нм). Контрольной жидкостью служит испытуемая вода, из которой удалены взвешенные вещества путем центрифугирования или фильтрования через мембранные фильтры № 4 (обработанные кипячением).

Содержание мутности в мг/л определяют по градуировочному графику.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения минеральных
азотсодержащих веществDrinking water. Methods of determination of
mineral nitrogen-containing matterГОСТ
4192—82Взамен
ГОСТ 4192—48

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 января
1982 г. № 233 срок действия установлен

с 01.01.83

до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрические методы определения массовых концентраций минеральных азотсодержащих веществ: аммиака и ионов аммония (суммарно), нитритов, нитратов.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481—80.

1.2. Объем пробы воды для определения массовой концентрации аммиака и ионов аммония, нитритов должен быть не менее 500 мл.

1.3. Объем пробы воды для определения массовой концентрации нитратов — по ГОСТ 18826—73.

1.4. Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, хранят при температуре 3—4°С не более 1 сут или консервируют добавлением серной кислоты из расчета 1 мл концентрированной серной кислоты H_2SO_4 на 1 л воды, либо хлороформа из расчета 2—4 мл хлороформа $CHCl_3$ на 1 л воды и проводят определение не позднее чем через 2 сут.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа используют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

- фотоколориметр любой марки ($\lambda=400—425$ нм, $\lambda=520$ нм);
 - куветы с толщиной оптического слоя 1, 2, 5 см;
 - колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 и 1000 мл;
 - пипетки мерные без делений вместимостью 5, 10, 25, 50 мл и
 - пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 см³ вместимостью 1, 2, 5 мл 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74;
 - фильтры беззольные «синяя лента» диаметром 5,5 см;
 - аммиак, 25%-ный водный раствор по ГОСТ 3760—79;
 - аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;
 - йод по ГОСТ 4159—79;
 - калий йодистый по ГОСТ 4232—74;
 - калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845—79;
 - квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77 или квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238—77;
 - кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
 - кислоту сульфаниловую по ГОСТ 5821—78;
 - кислоту уксусную по ГОСТ 61—75;
 - натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74;
 - натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77;
 - натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75;
 - 1-Нафтиламин по ГОСТ 8827—74;
 - реактив Несслера;
 - реактив Грисса;
 - ртуть по ГОСТ 4658—73;
 - ртуть йодистую;
 - хлороформ;
 - порошок цинковый по ГОСТ 12601—76;
 - воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.
- Все реактивы должны быть квалифицированы х. ч. или ч. д. а.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АММИАКА И ИОНОВ АММОНИЯ (СУММАРНО)

3.1. Сущность метода

Метод основан на способности аммиака и ионов аммония образовывать окрашенное в желто-коричневый цвет соединение с реактивом Несслера. Интенсивность окраски раствора, пропорциональная массовой концентрации аммиака и ионов аммония, измеряется на фотоколориметре при длине волны 400—425 нм.

Нижний предел обнаружения $0,05 \text{ мг NH}_4^+$ в 1 дм^3 . При содержании в воде NH_4^+ более 3 мг/дм^3 пробу следует разбавлять. Относительная ошибка определения $\pm 5\%$.

Мешающее влияние остаточного активного хлора устраняют добавлением эквивалентного количества серноватистокислого натрия, жесткости — добавлением раствора виннокислого калия-натрия, большого количества железа, цветности и мутности — осветлением раствора гидроокисью алюминия.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. Приготовление основного стандартного раствора

2,965 г хлористого аммония NH_4Cl , взвешенного с погрешностью не более $0,0005 \text{ г}$, предварительно высушенного до постоянной массы при температуры $100\text{—}105^\circ\text{C}$, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 мл в небольшом количестве безаммиачной дистиллированной воды и доводят этой же водой до метки. В 1 мл этого раствора содержится 1 мг NH_4^+ . Раствор хранят в склянке темного стекла в течение года, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

3.2.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

50 мл основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят до метки безаммиачной дистиллированной водой. В 1 мл этого раствора содержится $0,05 \text{ мг NH}_4^+$. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.2.3. Приготовление реактива Несслера

Применяют готовый реактив или готовят его по ГОСТ 4517—75 на безаммиачной дистиллированной воде.

3.2.4. Приготовление раствора виннокислого калия-натрия

500 г виннокислого калия-натрия $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, взвешенного с погрешностью не более $0,5 \text{ г}$, растворяют в дистиллированной воде и доводят этой водой до 1 л . Прибавляют $5\text{—}10 \text{ мл}$ реактива Несслера. После осветления раствор не должен содержать ион аммония, в противном случае прибавляют еще $2\text{—}5 \text{ мл}$ реактива Несслера.

3.2.5. Приготовление гидроокиси алюминия, суспензий

125 г алюмо-калиевых квасцов $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, взвешенных с погрешностью не более $0,5 \text{ г}$, растворяют в 1 л дистиллированной воды, нагревают до 60°C и постепенно прибавляют 55 мл 25% -ного раствора аммиака при постоянном перемешивании. После отстаивания осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией сначала дистиллированной водой, а затем безаммиачной дистиллированной водой до отсутствия реакции на аммиак.

3.2.6. Приготовление безаммиачной дистиллированной воды

Дистиллированная вода проверяется на содержание аммиака (к 5 мл воды прибавляют $0,1 \text{ мл}$ реактива Несслера). При обнаружении аммиака (появляется желтоватое окрашивание) дистиллированную воду пропускают через колонку с активированным уг-

лем марки БАУ, катионитом в H^+ -форме или кипятят в колбе до уменьшения объема на $\frac{1}{3}$. Проверяют на отсутствие аммиака и ионов аммония.

На этой воде готовят реактивы и ее используют в анализе для разбавления пробы.

3.3. Проведение анализа

При содержании в воде активного остаточного хлора в количестве более $0,5 \text{ мг/дм}^3$ добавляют эквивалентное количество $0,01 \text{ н.}$ раствора серноватистокислого натрия (определяется в отдельной порции воды по ГОСТ 18190—72).

Мутная или цветная (при цветности выше 20°) вода подвергается коагуляции гидроокисью алюминия: на $250\text{—}300 \text{ мл}$ исследуемой воды прибавляют $2\text{—}5 \text{ см}^3$ суспензии гидроокиси алюминия, встряхивают, после осветления отбирают прозрачный слой для анализа. При необходимости воду с коагулянтном фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей безаммиачной водой до отсутствия в фильтрате ионов аммония. При фильтровании пробы первые порции фильтрата отбрасывают.

К 50 мл исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более $0,15 \text{ мг NH}_4^+$ и разбавленному безаммиачной водой до 50 мл) прибавляют 1 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, перемешивают, затем прибавляют 1 см^3 реактива Несслера и снова перемешивают. Через 10 мин фотометрируют при длине волны $400\text{—}425 \text{ нм}$ по отношению к раствору сравнения (безаммиачной воде, в которую добавлены те же реактивы, что и в пробу).

Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония находят по градуировочному графику или рассчитывают по уравнению регрессии.

3.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят $0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 \text{ мл}$ рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки безаммиачной водой. Получают растворы с содержанием $0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 \text{ мг NH}_4^+/\text{дм}^3$. Далее проводят анализ и фотометрируют, как при исследовании пробы воды (см. п. 3.3). По полученным результатам рассчитывают уравнение регрессии или строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации ионов аммония в мг/дм^3 , а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности. График должен иметь прямолинейный характер.

3.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония (X) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — массовая концентрация, найденная по градуировочному графику или рассчитанная по уравнению регрессии, мг/дм³ NH_4^+ ;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

50 — объем стандартного раствора, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10%.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРИТОВ

4.1. Сущность метода

Метод основан на способности нитритов диазотировать сульфаниловую кислоту и на образовании красно-фиолетового красителя диазосоединения с 1-Нафтиламином. Интенсивность окраски, пропорциональная содержанию нитритов, измеряется на фотолориметре при длине волны 520 нм.

Нижний предел обнаружения 0,003 мг/дм³ нитритов. При содержании в воде нитритов более 0,3 мг/дм³ пробу следует разбавлять. Относительная ошибка определения $\pm 5\%$.

Мешающее влияние мутности и цветности воды устраняют осветлением пробы гидроокисью алюминия.

4.2. Подготовка к анализу

4.2.1. Приготовление основного стандартного раствора

1,497 г азотистокислого натрия NaNO_2 , взвешенного с погрешностью не более 0,0005 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки. В 1 мл раствора содержится 1 мг нитритов. Раствор консервируют добавлением 1 мл хлороформа, хранят в склянке из темного стекла в течение нескольких месяцев, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

4.2.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

1 мл основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 мл этого раствора содержится 0,001 мг нитритов. Раствор применяют свежеприготовленным.

4.2.3. Приготовление реактива Грисса, раствора в уксусной кислоте

10 г сухого реактива Грисса, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 100 мл 12%-ного раствора уксусной кислоты. При отсутствии сухого реактива Грисса его готовят по ГОСТ 4517—75.

4.2.4. Приготовление уксусной кислоты, 12%-ного раствора

25 мл ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 200 мл.

4.2.5. Приготовление гидроокиси алюминия, суспензии

Готовят по п. 3.2.5.

4.3. Проведение анализа

Мутную и цветную воду перед анализом обесцвечивают, как указано в п. 3.3.

К 50 мл исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,3 мг нитритов, разбавленному дистиллированной водой до 50 мл) прибавляют 2 мл раствора реактива Грисса, перемешивают. Через 40 мин (или через 10 мин при помещении пробы в водяную баню при температуре 50—60° С) фотометрируют при длине волны 520 нм по отношению к раствору сравнения (дистиллированной воде, в которую добавлен реактив Грисса).

Массовую концентрацию нитритов находят по градуировочному графику или рассчитывают по уравнению регрессии.

4.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 мл рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,002; 0,004; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм³ нитритов. Далее проводят анализ и фотометрируют, как при исследовании пробы (см. п. 4.3). По полученным результатам рассчитывают уравнение регрессии или строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации нитритов в мг/дм³, а по оси ординат соответствующие им значения оптической плотности. График должен быть прямолинейным.

4.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию нитритов (X_1) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — массовая концентрация, найденная по градуировочному графику или рассчитанная по уравнению регрессии, мг/дм³ NO₂;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

50 — объем стандартного раствора, мл.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10%.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРАТОВ

5.1. Массовую концентрацию нитратов определяют по ГОСТ 18826—73.

**ВОДА ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО
И ПРОМЫШЛЕННОГО ВОДОСНАБЖЕНИЯ****Методы химического анализа.
Отбор, хранение и транспортирование проб****ГОСТ
4979-49**

Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов при Совете Министров Союза ССР 17 июня 1949 г. Срок введения установлен

с 01.10.49

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

I. ОБЛАСТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ

1. Стандарт распространяется на отбор, хранение и транспортирование проб воды, отбираемых из источников водоснабжения и из хозяйственно-питьевых и промышленных водопроводов.

II. ПОСУДА

2. Для отбора проб воды на полный анализ берут бутыль емкостью 5 л с притертой пробкой (допускается бутыль с корковой пробкой). Для сокращенного анализа берут бутыль емкостью 2 л. Бутыль должна быть чисто вымыта и ополоснута дистиллированной водой.

Примечание. Особенности подготовки посуды и специальные условия отбора проб воды для определения содержания в ней железа указаны в ГОСТ 4011-72.

III. ОТБОР ПРОБ ВОДЫ

3. Место выемки пробы воды определяется в зависимости от характера водоисточника и цели исследования:

а) при использовании открытого водоема для проектируемого централизованного водоснабжения проба должна забираться в той точке водоема и на той глубине, которые намечаются для будущего забора воды для водопровода;

б) при существующем водозаборе — непосредственно из водоприемного отверстия;

в) при использовании для проектируемого водоснабжения подземных источников — из того водоносного горизонта, из которого намечается будущий водозабор.

Примечание. Предварительные пробы, характеризующие качество воды данного водоносного горизонта, могут забираться из соседних уже существующих скважин, колодцев, каптажей, использующих тот же горизонт, или же из опытных эксплуатационных скважин, при условии идентичности водоносного горизонта и при наличии одинаковых санитарных условий;

г) при отборе проб воды из вновь сооружаемой скважины (колодца, каптажа) при отсутствии постоянного излива воды проба должна забираться после непрерывной откачки при эксплуатационной мощности и не ранее чем будет получено одинаковое содержание хлоридов и железа не менее чем в трех контрольных пробах, взятых во время откачки с промежутками не менее одного часа;

д) при действующем водозаборе из подземного источника проба должна забираться из того источника (скважины, колодца, каптажа), который используется для водоснабжения. При наличии нескольких скважин пробы берут из каждой. Пробы отбирают в часы максимального расхода воды.

4. Из кранов водопроводных сооружений выемка пробы воды производится после свободного спуска воды при полном открытии крана в течение не менее 10 мин.

5. Перед отбором пробы бутыль не менее двух раз ополаскивают водой, подлежащей исследованию.

6. Пробу воды с намеченной глубины открытого водоема отбирают батометром.

Допускается отбор проб воды бутылью. Бутыль закрывают пробкой, к которой прикреплен шнур, и вставляют в тяжелую оправу или к ней подвешивают груз на тросе (шнуре, веревке). Бутыль устанавливают на намеченной глубине, пробку вынимают при помощи шнура. Пробу воды с небольшой глубины (особенно зимой) отбирают шестом с прикрепленной к нему бутылью.

7. Бутыль заполняется водой до верха. Перед закрытием бутыли пробкой верхний слой воды сливается так, чтобы под пробкой оставался небольшой слой воздуха.

8. При отборе пробы составляется сопроводительный документ, прилагаемый в копии к анализу. Сопроводительный документ должен содержать следующие сведения:

а) наименование источника и его местонахождение;

б) дата выемки пробы (год, месяц, число и час);

в) место и точка взятия пробы: для открытых водоемов — расстояние от берега и глубина, с которой взята проба воды (расстояние от поверхности воды и от дна водоема); для скважины и ко-

лодцев — отметка устья и дна; продолжительность и интенсивность откачки, результаты контрольных анализов на хлориды и железо (в случае вновь сооружаемых скважин);

г) метеорологические условия: температура воздуха и осадки в день отбора пробы и осадки за предшествующие 10 дней, а также сила и направление ветра (при отборе пробы из открытого водоема);

д) температура воды при отборе пробы;

е) особые условия, могущие оказать влияние на качество воды в источнике;

ж) цель исследования воды;

з) место службы, должность и подпись лица, производившего отбор проб воды.

IV. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ ПРОБ ВОДЫ

9. Для доставки бутылки с водой упаковывают в ящик или корзину (желательно с войлочной прокладкой).

10. Если время, необходимое для доставки воды, превышает 5 ч, то должны быть приняты меры против нагревания или заморозания проб.

11. Доставленную воду следует подвергать исследованию в день отбора пробы.

В случае невозможности исследования воды в день отбора вода хранится в холодильнике. Наибольшие допустимые сроки хранения на льду для незагрязненной воды — 72 ч, для малозагрязненной — 48 ч. О длительности хранения воды делается специальная отметка в протоколе анализа.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания молибдена

Drinking water.
Method for determination of
molybdenum contentГОСТ
18308—72

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 28 декабря 1972 г. № 2356 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 414 срок дейст-
вия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и ус-
танавливает колориметрический роданидный метод определения
содержания молибдена.

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-крас-
ный цвет комплексного соединения пентавалентного молибдена с
роданидом. Восстановление Mo^{6+} до Mo^{5+} производится двуххло-
ристым оловом. Чувствительность метода составляет (объем ис-
следуемой воды 100 мл) — 2,5 мкг/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания молиб-
дена должен быть не менее 200 мл.

1.3. Срок между отбором пробы и выполнением анализа дол-
жен быть возможно коротким, так как отобранные пробы воды,
предназначенные для определения молибдена, не консервируют.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр, кюветы с толщиной рабочего слоя
10 мм.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 мл, пипетки 10, 50 и 100 мл без делений; цилиндры мерные 10 и 100 мл; пробирки колориметрические с притертыми пробками; бюретки с краном вместимостью 25 мл.

Делительные воронки вместимостью 250 мл по ГОСТ 25336—82.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75.

Калий-натрий виннокислый (сегнетова соль) по ГОСТ 5845—79.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78.

Олово металлическое по ГОСТ 860—75.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора молибденовокислого аммония.

0,184 г $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в небольшом объеме горячей дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, охлаждают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 100 мкг Mo^{6+} .

3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора молибденовокислого аммония.

10 мл основного стандартного раствора разбавляют дистиллированной водой до 1 л. 1 мл раствора содержит 1 мкг Mo^{6+} .

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора марганцовокислого калия.

Раствор готовится из фиксаля.

3.4. Приготовление 33%-ного раствора виннокислого калия-натрия (сегнетовой соли).

50 г $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 25%-ного раствора роданистого калия.

25 г KCNS растворяют в 75 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 20%-ного двуххлористого олова.

20 г $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют при нагревании в 20 мл соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см³) и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл.

Для стабилизации восстановительного действия в раствор добавляют несколько кусочков металлического олова.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для повышения чувствительности метода и устранения мешающего влияния большинства элементов окрашенный молибденовороданидный комплекс экстрагируют в малый объем органического растворителя. Определение состоит из двух операций: первая — удаление органических веществ, при этом происходит насыщение исследуемой воды изоамиловым спиртом; вторая — экстракция органическим растворителем роданидного комплекса молибдена.

Для выполнения первой операции 100 мл исследуемой воды помещают в делительную воронку вместимостью 250 мл. Затем добавляют 8—10 мл серной кислоты (1:1), по каплям 0,1 н. раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски (не исчезающей в течение 5 мин) и 2 мл смеси изоамилового спирта с четыреххлористым углеродом (1:1). Раствор в воронке взбалтывают в течение 30 с и оставляют в покое до разделения слоев. Если слой органического растворителя, отделенный после экстракции в пробирку, бесцветен, приступают ко второй операции. При наличии окрашенного слоя экстракцию органического вещества повторяют до получения бесцветного слоя.

Затем приступают к выполнению второй операции. Для этого после удаления органического вещества к раствору в делительной воронке добавляют 2 мл 33%-ного раствора сегнетовой соли, 4 мл 25%-ного раствора роданистого калия и 2 мл 20%-ного двуххлористого олова. После прибавления каждого реактива производят перемешивание. Затем добавляют из бюретки точно 1 мл смеси изоамилового спирта с четыреххлористым углеродом (1:1). Раствор встряхивают в воронке в течение 30 с и оставляют до разделения слоев. Органический слой с небольшим количеством водного слоя сливают в колориметрическую пробирку и сравнивают со шкалой стандартных растворов.

4.2. Для приготовления стандартной шкалы в мерные колбы вместимостью 100 мл отбирают: 0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 мл рабочего стандартного раствора молибдена, доводят объем дистиллированной водой до 100 мл и обрабатывают так же, как исследуемую воду. Шкала устойчива в течение одних суток при условии хранения в темном месте при температуре не выше 20° С.

Если окраска слоя органического растворителя окажется ярче окраски исследуемого образца, соответствующего 6 мкг Mo^{6+} , то определение повторяют из меньшего объема исследуемой воды, доводят объем его до 100 мл дистиллированной водой.

4.3. Интенсивность полученной окраски измеряют фотометрически. В этом случае для экстрагирования окрашенного молибденоводороданидного комплекса применяют 5 мл растворителя (смесь изоамилового спирта с четыреххлористым углеродом (1:1). Оптическую плотность измеряют с голубым светофильтром ($\lambda=470-480$ нм), используя кювету толщиной рабочего слоя 10 мм.

4.4. Для приготовления стандартной шкалы в мерные колбы вместимостью 100 мл отбирают: 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 16,0 мл рабочего стандартного раствора Mo^{6+} , доводят объем до 100 мл дистиллированной водой и обрабатывают так же, как исследуемую воду.

При составлении калибровочного графика из величин оптических плотностей исследуемой воды вычитают оптическую плотность контрольной пробы и полученные разности наносят на график, против соответствующих концентраций молибдена. Затем из измеренной оптической плотности исследуемой воды вычитают оптическую плотность контрольной пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание молибдена (X), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V \cdot 1000},$$

где C — содержание молибдена, найденное по стандартной шкале или по калибровочному графику, мкг;

V — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями 25 отн. %.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации стронция

Drinking water.

Method of determination of strontium mass concentration

ГОСТ
23950-80

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 января 1980 г. № 221 срок действия установлен

с 01.01.82

до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эмиссионный пламенно-фотометрический метод определения массовой концентрации стронция (Sr^{2+}).

Метод основан на измерении абсолютной интенсивности излучения наиболее чувствительной резонансной линии стронция 460,7 нм. Для возбуждения атомов стронция применяется пропан-воздушное или ацетилено-воздушное пламя. Определению мешают алюминий, железо, кремний и фосфор. Их влияние устраняется добавлением в раствор солей лантана или кальция.

Предел обнаружения стронция с доверительной вероятностью $P=0,95$ составляет 0,5—1 мг/л. Диапазон измерений 0,5—10 мг/л стронция.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы для определения стронция должен быть не менее 100 мл.

1.3. Пробы воды консервируют путем добавления 10 мл 10%-ной азотной кислоты на 1 л воды. Консервированная проба должна быть проанализирована в срок до одного месяца.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Спектрофотометр пламенный призмный или с дифракционной решеткой с электронным фотоумножителем (область максимальной спектральной чувствительности 400—500 нм) и автоматической записью на самописце при сканировании аналитического участка спектра. Могут быть использованы различные пламенно-фотометрические приборы, которые имеют вышеперечисленные устройства (например: С-302, ПСФ-1, СА-2, «Сатурн» и др.). Прибор должен обеспечивать определение минимальных содержаний стронция 0,5—1 мг/л. Эксплуатацию и порядок работы на приборах производят по инструкциям, прилагаемым к приборам.

Баллон со сжатым пропаном 3—50 по ГОСТ 15860—70 с редукционным вентилем типа РДГ-6 или баллон со сжатым ацетиленом с редуктором.

Манометр на 2—3 атм, класс точности 1,5.

Редуктор типа РДВ-5.

Баллон со сжатым воздухом или компрессор, обеспечивающий давление на выходе ≥ 3 атм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 мл.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1; 5; 100 мл.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 (плотностью 1,40), ч. д. а.

Кальций хлористый шестиводный ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ос. ч.

Лантан хлористый шестиводный ($\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ч. д. а.

Стронций азотнокислый ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$), ч. д. а. по ГОСТ 5429—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 25%-ного и 10%-ного растворов азотной кислоты

Раствор готовят по ГОСТ 4517—75 разбавлением концентрированной азотной кислоты.

3.2. Приготовление концентрированного раствора хлористого кальция

500 г шестиводного хлористого кальция помещают в мерный сосуд вместимостью 1000 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор содержит около 0,1 г/мл кальция.

Хлористый кальций должен быть загрязнен стронцием. Контроль проводят по пробе, которую готовят следующим образом: в 50 мл дистиллированной воды добавляют 1 мл раствора хлористого кальция.

3.3. Приготовление концентрированного раствора хлористого лантана

250 г шестиводного хлористого лантана помещают в мерный сосуд вместимостью 1000 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор содержит лантана около 0,1 г/мл.

3.4. Приготовление стандартных растворов стронция

Основной стандартный раствор стронция готовят по ГОСТ 4212—76. Для этого 0,241 г азотнокислого стронция растворяют в мерной колбе вместимостью 100 мл в дистиллированной воде, содержащей 0,5 мл 25%-ного раствора азотной кислоты, и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор содержит 1,00 мг/мл стронция. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения — до одного года.

Стандартный раствор с содержанием 0,100 мг/мл стронция; готовят разбавлением в 10 раз основного стандартного раствора дистиллированной водой, к которой добавлена 10%-ная азотная кислота из расчета 10 мл на 1 л. Этот раствор может храниться в сосуде из полиэтилена сроком до 3 мес.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. К 100 мл отобранной для анализа пробы приливают 2 мл раствора хлористого кальция или 1 мл раствора хлористого лантана и тщательно перемешивают.

Подготовленную для анализа пробу подают при помощи распылителя в пламя горелки. Используют воздушно-ацетиленовое или пропан-воздушное пламя. Воздух подают под давлением 1—1,5 атм при постоянном контроле стабильности его подачи по манометру. Количество подаваемого горючего газа контролируют по устойчивости синего конуса пламени, а стабильность регулируется редуктором, установленным непосредственно на баллоне.

На диаграммной ленте самописца регистрируется сигнал, соответствующий интенсивности резонансной линии стронция (460,7 нм). Абсолютная интенсивность излучения стронция прямо пропорциональна массовой концентрации стронция в пробе. Абсолютная интенсивность измеряется в делениях на диаграммной ленте самописца, исключая величину интенсивности фона спектра пробы и величину темного тока фотоумножителя.

Для построения градуировочного графика, необходимого для обработки результатов, готовят шкалу рабочих стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 1000 мл отбирают 5,0; 10,0; 20,0; 50,0; 100,0 мл стандартного раствора азотнокислого стронция, содержащего 0,100 мг/мл стронция, добавляют по 10 мл 10%-ного раствора азотной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация стронция в

рабочих стандартных растворах соответственно будет равна 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мг/л.

В стандартные растворы добавляют 2 мл раствора хлористого кальция или 1 мл раствора хлористого лантана на 100 мл стандартного раствора и анализируют их так же как и исследуемую воду, записывая интенсивность излучения стронция в порядке возрастания его массовой концентрации. Стандартные растворы измеряют в начале и в конце определения. Если анализируют 15 проб и более, то через каждые 10—15 проб повторяют измерение шкалы стандартных растворов. После измерения стандартных растворов, а также после каждой пробы, в горелку-распылитель подают дистиллированную воду до полной промывки горелки.

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 массовую концентрацию стронция в стандартных растворах (0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мг/л), а по оси ординат — соответствующие значения абсолютной интенсивности в делениях диаграммной ленты. График строят в линейном масштабе.

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

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух повторных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10%.

ВОДА ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Общие требования к полевым методам анализа

Housekeeping and potable water. General requirements
for field methods of analysis

ГОСТ
24902—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 августа 1981 г. № 3766 срок действия установлен

с 01.01.83

до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

1. Настоящий стандарт распространяется на природные воды хозяйственно-питьевого назначения, общая минерализация которых не превышает 3 г/дм^3 , и устанавливает общие требования к отбору проб и полевым методам органолептического и физико-химического анализа в процессе гидрогеологической съемки, поисков и разведки источников хозяйственно-питьевого водоснабжения.

2. Полевые методы анализа включают в себя определение органолептических показателей: запаха, вкуса, цветности, мутности; физических и химических показателей: температуры, pH, главных ионов (хлорида, сульфата, карбоната, гидрокарбоната, нитрата, натрия, кальция, магния), общей жесткости, железа, фтора, нитрит-иона, иона аммония, суммы металлов (цинк, медь, свинец), сухого остатка и карбонатной жесткости.

3. Правила отбора проб на анализ должны обеспечивать максимальное сохранение природного солевого и газового состава воды и пробу от случайного загрязнения.

4. Для отбора и хранения проб применяют стеклянные или пластмассовые сосуды (полиэтиленовые, полипропиленовые, фторопластовые).

5. Сосуды, предназначенные для отбора проб, предварительно тщательно моют и ополаскивают не менее трех раз отбираемой для анализа водой.

6. Сосуды закупоривают стеклянными, резиновыми или пластмассовыми пробками. Чтобы очистить пробки, их кипятят в дистиллированной воде. Перед закупориванием пробы пробки два-три раза ополаскивают отбираемой для анализа водой. Между пробкой и отобранной пробой в сосуде оставляют воздух объемом 5—10 мл.

7. Для выполнения всех определений объем пробы (без учета определения консервируемых компонентов) составляет 0,5 л.

8. Полевой анализ выполняют в природной воде без ее предварительной обработки. Допускается осветление воды путем отстаивания пробы в течение не более 2 сут после ее отбора.

9. Температура воды и органолептические показатели определяют на месте отбора проб.

10. pH, железо, ион аммония и нитрит-ион определяют не позже чем через 2 ч после отбора пробы. Допускается железо, ион аммония и нитрит-ион определять в другие сроки. При этом дополнительно отбирают пробу в количестве 0,5 л, которую консервируют соляной кислотой из расчета 3 мл HCl плотностью 1,19 г/см³ на 1 л пробы или эквивалентным количеством разбавленной кислоты.

11. Компоненты в консервированной пробе, а также все остальные компоненты химического состава воды определяют не позже, чем через 2 сут после отбора пробы.

12. Пробы при транспортировании и хранении должны быть предохранены от воздействия прямых солнечных лучей и нагрева.

13. Чувствительность полевых методов анализа должна обеспечить количественное определение компонентов на уровне норм, предусмотренных ГОСТ 2874—82.

14. Сходимость определения полевых методов (А) в процентах между двумя параллельными определениями вычисляют по формуле

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных определений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных определений.

15. При содержании компонентов, соответствующих санитарным нормам, установленным ГОСТ 2874—82, допустимые значения сходимости между параллельными определениями нормируемых компонентов должны соответствовать значениям, указанным в табл. 1.

16. Для ненормируемых компонентов по ГОСТ 2874—82 допустимые значения сходимости между параллельными определениями должны соответствовать значениям, указанным в табл. 2.

17. Температуру воды определяют с погрешностью 0,5°С.

18. Запах и вкус оценивают количественно по пятибалльной системе, цветность и мутность — качественно.

19. Пояснения к терминам, применяемым в настоящем стандарте, приведены в справочном приложении.

Таблица 1

Наименование компонентов	Норма	Допустимые значения сходимости между параллельными определениями, %
Хлор-ион (Cl^-), мг/дм ³	350	10
Общая жесткость, мг, экв/дм ³	10	10
Сульфат-ион (SO_4^{2-}), мг/дм ³	500	30
Нитрат-ион (NO_3^-), мг/дм ³	45	25
Железо (Fe), мг/дм ³	0,3	25
Фтор (F), мг/дм ³	0,7—1,5	25
Сухой остаток, мг/дм ³	1000	30
pH	6,5—8,5	0,2 ед. pH

Таблица 2

Наименование компонентов	Содержание компонента в исследуемой воде	Допустимые значения сходимости между параллельными определениями, %
Гидрокарбонат-ион (HCO_3^-), мг/дм ³	1000	10
Карбонат-ион (CO_3^{2-}), мг/дм ³	100	10
Кальций-ион (Ca^{2+}), мг/дм ³	200	10
Магний-ион (Mg^{2+}), мг/дм ³	100	15
Натрий-ион (Na^+), мг/дм ³	200	30
Аммоний-ион (NH_4^+), мг/дм ³	2,5	25
Нитрит-ион (NO_2^-), мг/дм ³	0,1	25
Сумма металлов (ΣMe), ммоль/дм ³	0,001	30

ПРИЛОЖЕНИЕ

Справочное

Пояснения к терминам, применяемым в настоящем стандарте

Термин	Пояснения
Полевой метод анализа	Метод анализа, который может применяться непосредственно у водоисточника или на базе полевого подразделения (партия, отряд и т. п.) при отсутствии стационарных помещений, водопровода и централизованных источников энергии
Чувствительность метода определения компонента	Наименьшая массовая концентрация компонента, достоверно обнаруживаемая данным методом
Сумма металлов (ΣMe)	Сумма цинка, меди и свинца, выражаемая в ммоль/дм ³ или мг/дм ³ в условном пересчете на массовую концентрацию цинка

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Полевые методы санитарно-микробиологического анализа

Potable water. Field methods of sanitary and microbiological analysis

ГОСТ
24849-81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 июня 1981 г. № 3061 срок действия установлен

с 01.07.82

до 01.07.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на воду, используемую для хозяйственно-питьевых целей, и устанавливает полные, сокращенные и сигнальные методы определения числа сапрофитов и бактерий группы кишечных палочек (БГКП) в полевых условиях, когда доставка проб в стационарную лабораторию невозможна в течение 6 ч после отбора. Когда доставка проб в стационарную лабораторию возможна в течение 6 ч — анализ проводят по ГОСТ 18963—73.

Термины, употребляемые в стандарте, и их определения даны в справочном приложении 2.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Место отбора проб определяют в зависимости от источника водопользования. При контроле качества воды в системе централизованного водоснабжения пробы воды отбирают после предварительной стерилизации кранов обжиганием и последующего спуска воды в течение 1—10 мин при полностью открытом кране.

При контроле качества воды водоисточников децентрализованного водоснабжения (колодцев, каптажей, родников и т. д.), если отсутствует механизированная подача воды и сливные трубы, пробы воды отбирают батометром.

1.2. Пробы воды отбирают в стерильную посуду, стерильными батометрами; руки перед отбором обеззараживают. Посуду от-

крывают непосредственно перед отбором, удаляя пробку вместе со стерильным колпачком. Во время отбора пробка и горлышко не должны касаться нестерильных предметов. Ополаскивать посуду не следует. Посуду с отобранной пробой немедленно после отбора закрывают стерильной пробкой, затем стерильным прочно фиксированным колпачком. Посуду с пробами воды, подлежащими транспортированию, закрывают пробками, не впитывающими воду (например, притертыми стеклянными, резиновыми, ватными, обернутыми фольгой и т. п.).

Если отбирают воду после обеззараживания, необходимо нейтрализовать остаточные количества дезинфектанта. При отборе хлорированной воды в посуду до ее стерилизации вносят серноватистокислый натрий из расчета 8—10 мг на 500 мл пробы.

1.3. Отобранную пробу сопровождают документом с указанием цели исследования, времени и места отбора. При отборе проб воды из источников децентрализованного водоснабжения дополнительно указывают погодные условия, температуру воды, санитарное состояние водоисточника и т. п.

1.4. Проба воды должна быть исследована в течение 2 ч после ее отбора. Допускается хранение пробы и ее транспортирование не более 6 ч при температуре 1—10°С. При отсутствии холодильных приборов (холодильников, сумок-холодильников, термоконтейнеров и т. п.) пробы воды должны сохранять при температуре, которую вода имела во время отбора, предохраняя от замерзания, действия прямых солнечных лучей, перегрева и т. п.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы для передвижной лаборатории

Термостат, обеспечивающий температуру $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Термостат, обеспечивающий температуру $(44 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.

Автоклав, обеспечивающий стерилизацию при $(126 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч.

Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру 160°C в течение 1 ч.

Нагревательный прибор для варки сред из сухих препаратов, кипячения мембранных фильтров, расплавления питательного агара.

Холодильник портативный (автомобильный типа ХАТЭ-12 или термоконтейнер с емкостями для горячей воды или льда).

Весы равноплечные ручные (аптечные).

Спиртовки.

Штативы для пробирок.

Часы сигнальные или песочные по ГОСТ 10576—83.

Прибор для фильтрации под вакуумом, с диаметром фильтрующей поверхности 32 мм, с устройством для создания вакуума и фильтрации до 300 мл воды (насос типа Шинца, шприц и т. п.).

Лупа с увеличением $2\times$ по ГОСТ 25706—83.

Микроскоп биологический с иммерсионным объективом, обеспечивающий увеличение не менее $630\times$ и осветителем.

Прибор для окраски предметных стекол или ванночка эмалированная с мостиком.

Пинцеты.

Петли бактериологические.

Ножницы.

Вата хлопчатобумажная гигроскопическая медицинская по ГОСТ 5556—84.

Батометр.

Фильтры мембранные со средним диаметром пор 0,5 мкм и планктонные с диаметром пор 3—5 мкм; диаметр диска 35 мм.

Бумага фильтровальная.

Посуда для кипячения мембранных фильтров (эмалированная кружка или кастрюля с крышкой).

Стекла предметные.

Масло иммерсионное для микроскопии по ГОСТ 13739—78.

Карандаши по стеклу.

Спички по ГОСТ 1820—77.

Лабораторный журнал для записи результатов анализа.

Посуда для отбора проб вместимостью 500 мл с притертыми резиновыми или ватными пробками, обернутыми фольгой.

Чашки Петри.

Пробирки бактериологические.

Пипетки прямые, вместимостью 1 и 10 мл с ценой деления 0,1 мл на полный слив по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры или мензурки по ГОСТ 1770—74.

Посуда стеклянная или эмалированная для приготовления сред.

Реактивные полоски для образования индола.

Бумажки для окраски по Граму, приготовленные по ГОСТ 18963—73.

Раствор Люголя, приготовленный по ГОСТ 18963—73.

Триптофан.

Натрий серноватистоокислый по СТ СЭВ 223—75.

Агар сухой питательный.

Среда Эндо сухая питательная.

Сухой препарат с индикатором ВР и глюкозой.

Сухой препарат с индикатором ВР и лактозой.

Спирт этиловый ректификованный 96%-ный по ГОСТ 5962—67.

Жидкость горючая для спиртовок (спирт гидролизный и др.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Реактивы для оксидазного теста: диметил-*п*-фенилендиамин солянокислый или любое другое фенилендиаминовое соединение, α -нафтол по ГОСТ 5838—79 (могут быть заменены бумажными индикаторными системами на оксидазу).

Фуксин основной, 10%-ный спиртовой раствор, со сроком хранения не более 1 мес.

Кислота розоловая, 5%-ный спиртовой раствор, со сроком хранения не более 1 мес.

Фенол по ГОСТ 6417—72, 5%-ный водный раствор, со сроком хранения не более 1 мес.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы для переносной лаборатории при доставке посевов в стационарную лабораторию

Термостат переносной для работы в движении, обеспечивающий температуру $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ или термоконтейнер.

Прибор для фильтрования под вакуумом с диаметром фильтрующей поверхности 32 мм и с приспособлением для создания вакуума.

Спиртовка металлическая с подставкой.

Штатив для пробирок при необходимости приготовления разбавлений.

Пинцет.

Фильтры мембранные стерильные со средним диаметром пор 0,5 мкм и планктонные с диаметром пор 3—5 мкм; диаметр диска 35 мм.

Вата хлопчатобумажная гигроскопическая медицинская.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Жидкость горючая (спирт гидролизный и др.).

Посуда для отбора проб.

Батометр.

Чашки Петри стерильные, в пенале или обернутые в плотную бумагу.

Пипетки вместимостью 1 и 10 мл с ценой деления 0,1 см³ на полный слив по ГОСТ 20292—74.

Пипетки капиллярные, вместимостью 0,1 мл с ценой деления 0,01 см³ по ГОСТ 20292—74 при работе капельным методом.

Стерильные пробирки и стерильная вода для приготовления разбавлений.

Питательный агар, готовый к употреблению и разлитый в удобные для быстрого расплавления флаконы или пробирки.

Чашка Петри со средой Эндо, готовой к употреблению.

При невозможности укомплектовать лабораторию готовой средой Эндо, ее приготавливают непосредственно перед испытанием.

Примечание. Среда Эндо может быть заменена сухими, приготовленными заранее питательными подкладками.

2.3. Аппаратура, материалы и реактивы для переносной лаборатории при выполнении анализа на месте отбора проб

Кроме оборудования по п. 2.2 применяют материалы и питательные среды, необходимые для дифференцирования БГКП и подсчета числа колоний на питательном агаре:

лупа с увеличением $2\times$ по ГОСТ 25706—83.

Петля бактериологическая.

Бумага фильтровальная стерильная, нарезанная кружочками диаметром, немного большим мембранного фильтра.

Реактивы для оксидазного теста (фильтровальная бумага и реактивы для оксидазного теста могут быть заменены готовой бумажной индикаторной системой на оксидазу).

Полужидкая среда с индикатором и глюкозой (может быть заменена бумажными углеводными дисками с глюкозой).

Сорбит для двууглеводной среды.

2.4. Аппаратура, материалы для лаборатории при выполнении анализа сигнальными методами (с помощью индикаторных полосок и среды КОДА)

2.4.1. Для проведения анализа с помощью индикаторных полосок необходимы:

индикаторные питательные полоски.

Спиртовка.

Пинцет.

Предметные стекла 2 шт.

Термостат переносной с небольшой емкостью, обеспечивающий температуру $(42 \pm 2)^\circ\text{C}$.

2.4.2. Для проведения анализа титрационным методом с использованием среды КОДА необходимы:

нагревательный прибор для приготовления среды из сухого препарата;

дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72;

посуда стеклянная или эмалированная для приготовления среды;

флаконы вместимостью 100—200 см³;

пробирки бактериологические;

штативы;

сухой препарат среды КОДА;

термостат, обеспечивающий температуру $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка лабораторной посуды и материалов

Посуду и материалы готовят к анализу в стационарной лабора-

тории в соответствии с требованиями ГОСТ 18963—73. Комплектуют лаборатории для полевых исследований стерильной посудой и материалами в стерильной упаковке.

При невозможности комплектования лаборатории материалами на весь объем исследований можно производить мытье, подготовку к стерилизации, стерилизацию посуды на месте (либо в автоклаве при $(126 \pm 2)^\circ\text{C}$ 30 мин, либо в сушильном шкафу при $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч). В этих случаях обеззараживание бактериологического материала проводят в автоклаве при $(126 \pm 2)^\circ\text{C}$ 30 мин или кипячением в течение 30 мин.

Для стерилизации прибора для фильтрования, пинцета, батометра, обработки рабочего места перед анализом должен применяться этиловый ректификованный спирт.

3.2. Приготовление сред и реактивов

3.2.1. Приготовление стерильной воды — по ГОСТ 18963—73.

3.2.2. Питательный агар готовят из сухого препарата по способу, указанному на этикетке.

3.2.3. Полужидкую среду с глюкозой (лактозой) готовят из сухого препарата с индикатором ВР и глюкозой (лактозой) по способу, указанному на этикетке.

При приготовлении полужидкой среды с лактозой для определения бактерий — показателей свежего фекального загрязнения добавляют 0,05 г триптофана на 100 мл готовой среды перед разливом ее в пробирки.

3.2.4. Среду Эндо (модификацию) готовят из сухого препарата по способу, указанному на этикетке. В готовую и охлажденную до $60\text{--}70^\circ\text{C}$ среду перед разливкой в чашки допускается прибавлять на 100 мл среды: 0,2 мл 10%-ного спиртового раствора основного фуксина для повышения дифференцирующих свойств среды и 0,2 мл 5%-ного спиртового раствора розоловой кислоты во избежание застарения посевов спорowymi аэробными бактериями. После тщательного перемешивания среду разливают в чашки.

Среда не должна содержать следов влаги на поверхности. Чашки со средой хранят в светоизолированных укладках (пеналах) или заворачивают в плотную стерильную бумагу, не пропускающую свет. Срок хранения — не более 7 дней в условиях, обеспечивающих неизменный внешний вид среды и ее стерильность.

Среду Эндо непосредственно перед испытанием готовят в эмалированной или стеклянной посуде с крышкой или ватной пробкой. Для этого в оснащении лаборатории необходимы стерильные чашки Петри, навески из сухого препарата и соответствующий объем дистиллированной воды. Навески сухого препарата должны быть предохранены от влаги и света.

3.2.5. Приготовление двууглекислотной среды Эндо для ускоренного метода определения БГКП

На 100 мл дистиллированной воды помимо сухого препарата

вносят 1 г сорбита. После приготовления среды по способу, указанному на этикетке, допускается прибавить на 100 мл среды 0,2 мл 10%-ного спиртового раствора основного фуксина, 0,4 мл 50%-ного водного раствора фенола и 1,5 мл 96%-ного этилового ректифицированного спирта.

3.2.6. Приготовление реактива для определения оксидазной активности бактерий

1-й — 1%-ный спиртовой раствор α -нафтола;

2-й — 1%-ный водный раствор диметил-*p*-фенилендиамина солянокислого или другого фенилендиаминового соединения.

Растворы хранят в темных флаконах с притертыми пробками:

1-й — до одного месяца, 2-й — до одной недели.

Перед употреблением к 3 частям 1-го раствора добавляют 7 частей 2-го раствора.

3.2.7. Приготовление тетраолово-розовой среды (TRC) и питательных подкладок

100 мл мясо-пептонного бульона, 2 г лактозы, 0,25 г сухого питательного агара расплавляют при нагревании, стерилизуют при 112°С 12 мин. Перед приготовлением подкладок в среду вносят 10 мл 2%-ного водного раствора 2-, 3-, 5-трифенилтетразолий хлорида (ТТХ), 2 мл 0,01%-ного спиртового раствора розоловой кислоты. Средой пропитывают стерильные подкладки, вырезанные в виде дисков, размером, несколько большим диаметра мембранного фильтра, из асбестовых фильтров типа Зейтца (Ф) или 6—8 слоев листовой фильтровальной бумаги.

Подкладки, залитые средой, пропитывают при осторожном нагревании до температуры не выше 60°С на водяной бане в течение 3 ч. Затем подкладки высушивают при 45—50°С в сушильном шкафу. Хранят в темноте в стерильных упаковках. Цвет подкладок должен быть соломенно-желтым.

3.2.8. Приготовление среды КОДА

Среду нормальной концентрации готовят по способу, указанному на этикетке, и разливают в пробирки по 9 мл. Среду удвоенной концентрации готовят, увеличивая количество сухого препарата в два раза на тот же объем воды, и разливают по 10, 50, 100 мл во флаконы — в зависимости от выбранной схемы посева.

3.2.9. Приготовление реактивных полосок для определения образования индола

Реактивом, состоящим из 4 г пара — диметиламинобензальдегида, 50 мл 96%-ного этилового спирта, 50 мл ортофосфорной кислоты (очищенной концентрированной), смачивают полоски из фильтровальной бумаги на $\frac{1}{3}$ их длины. Высушенные реактивные полоски можно сохранять в банке из темного стекла с притертой пробкой или в плотных пакетах из черной бумаги. Чувствительность полосок увеличится, если этиловый спирт заменить на амиловый или изоамиловый.

Цвет обработанного реактивом конца бумажки должен быть желтый.

3.2.10. *Приготовление индикаторных питательных полосок для определения коли-индекса сигнальным методом (при отсутствии готовых)*

Для приготовления индикаторных полосок можно использовать хроматографическую бумагу массой 200 г/см², имеющую впитываемость по Клемму около 50 и состав по волокну 100% тряпичной полумассы. Стерилизовать бумагу можно под бактерицидной лампой с каждой стороны по 30 мин.

Стерильную бумагу пропитывают в течение 3 ч стерильной питательной средой (на 100 мл мясо-пептонного бульона Хоттингера 2 г лактозы, 0,1 г агара и 11 см³ 2%-ного водного раствора ТТХ).

Бумагу сушат в сушильном шкафу при 40—50°С, после чего нарезают полоски размером, обеспечивающим впитываемость 0,5—5 мл воды. Готовые индикаторные полоски имеют бледно-кремовый или слегка розовый цвет.

Хранят полоски в полиэтиленовых пакетиках, защищенных от света. Стерилизацию пакетиков производят в 40%-ном этиловом спирте в течение 2 сут с последующим высушиванием.

3.3. Флаконы и пробирки со средами должны быть закрыты ватными пробками, обернутыми фольгой, с бумажными колпачками, что предотвращает намачивание пробок при транспортировании и ограничивает высыхание сред. Стерильную воду, питательный агар можно хранить до тех пор, пока не уменьшится их объем. Предельный срок хранения полужидких сред с углеводами и индикатором — 40 дней, среды Эндо — 7 дней. Чашки со средой Эндо без следов влаги следует хранить в темноте.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Выполнение полного анализа в передвижной лаборатории, монтируемой на специальных транспортных средствах (железнодорожных вагонах, автомобилях, судах и т. п.)

4.1.1. Определение числа сапрофитных микроорганизмов

К сапрофитным микроорганизмам относят мезофильных аэробных и факультативных анаэробов, способных расти на питательном агаре данного состава при температуре $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 24 ч, образуя колонии, видимые при увеличении в 2 раза.

4.1.1.1. *Подготовка к анализу*

Из каждой пробы делают посев не менее двух различных объемов, выбранных с таким расчетом, чтобы на чашках выросло от 20 до 300 колоний, при этом ориентируются на результаты предыдущих исследований.

При исследовании питьевой воды из системы централизованного водоснабжения в каждую из двух чашек вносят по 1 мл пробы без разбавления.

При исследовании воды неизвестной степени микробного загрязнения проводят посев 1 мл и по 1 мл из первого и второго десятикратных разбавлений.

4.1.1.2. Проведение анализа

После тщательного перемешивания пробы готовят разбавления и немедленно вносят по 1 мл воды из пробы или соответствующих разбавлений в стерильные чашки Петри, слегка приоткрывая крышку. Сразу же после внесения воды в каждую чашку вливают небольшое количество (5—6 мл на чашку диаметром 95 мм) расплавленного и остуженного до 45—48°С питательного агара после фламбирования края посуды, в которой он находился. Содержимое чашки быстро смешивают, равномерно распределяя его по всему дну, избегая образования пузырьков воздуха, попадания агара на края и крышку чашки. Эту операцию производят на горизонтальной поверхности, где чашки оставляют до застывания агара.

Не допускается применять посев разбавлений, приготовленных заранее. Чашки с посевами инкубируют вверх дном в термостате при температуре $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 24 ч.

4.1.1.3. Обработка результатов

Колонии подсчитывают только на чашках с числом изолированных колоний от 20 до 300. При посеве пробы без разбавления ведут подсчет на чашках с любым количеством колоний, меньшим 300. Должны быть подсчитаны все выросшие на чашке колонии, видимые при увеличении в 2 раза.

Число подсчитанных на каждой чашке колоний делят на объем воды в мл, засеянный на ту чашку, на которой велся подсчет, и результат выражают в количестве колоний в 1 мл исследуемой воды. Вычисляют среднее арифметическое числа колоний для всех чашек.

Окончательный результат округляют до 2—3 значащих цифр.

Результат можно представить на основании подсчета колоний на одной чашке, если на других чашках подвижный рост распространен на всю поверхность чашки или число колоний превышает 300—500.

Если на всех чашках наблюдается рост подвижных бактерий, не распространившийся на всю поверхность чашки, или в результате неудачной схемы посева в чашках с наиболее высоким разбавлением выросло более 300 колоний и анализ нельзя повторить, допустимо вести подсчет с помощью счетной пластинки, разделенной на квадраты, или трафарета, делящего чашку на сектора. Подсчитывают не менее $\frac{1}{4}$ площади чашки в разных местах с последующим пересчетом на всю площадь чашки.

Если рост подвижных бактерий распространился на всю поверхность чашки, в протоколе анализа отмечают «ползучий рост».

4.1.2. Определение числа бактерий группы кишечных палочек

К бактериям группы кишечных палочек относят: грамотрицательные, не образующие спор палочки, ферментирующие глюкозу до кислоты и газа при $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 5—24 ч и с отрицательным оксидазным тестом.

При необходимости экстренного предварительного ответа бактерии группы кишечных палочек характеризуют по способности к ферментации лактозы до кислоты или кислоты и газа при температуре 37°C в течение 16—18 ч.

4.1.2.1. Подготовка к анализу

При исследовании питьевой воды из системы централизованного водоснабжения анализируют 333 мл, профильтровывая этот объем не менее чем через два фильтра.

При исследовании питьевой воды децентрализованного водоснабжения анализируют не менее 100 мл воды. Каждую пробу воды профильтровывают не менее чем через три фильтра (например, можно фильтровать по 100, 10 и 1 мл).

При исследовании воды неизвестной степени бактериального загрязнения профильтровывают не менее четырех десятикратных объемов воды как централизованного, так и децентрализованного водоснабжения. Объемы воды для посева выбраны правильно, если на 1—2-х фильтрах выросли изолированные колонии, среди которых не более 30 колоний относятся к бактериям группы кишечных палочек.

4.1.2.2. Проведение анализа

Для фильтрования используют мембранные фильтры со средним диаметром пор 0,5 мкм. Сухие стерильные мембранные фильтры, заранее обработанные в стационарной лаборатории, перед фильтрованием смачивают в стерильной дистиллированной воде. Фильтрование воды производят по ГОСТ 18963—73.

Чашки с посевами помещают в термостат дном вверх и инкубируют при $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 18—24 ч.

4.1.2.3. Обработка результатов

При отсутствии какого-либо роста на фильтрах или при наличии только пленчатых, губчатых с неровной поверхностью и краями, плесневых и других не характерных для кишечных палочек колоний дают отрицательный ответ. Анализ на этом заканчивают через 18—24 ч.

При росте на фильтрах колоний, характерных для кишечных палочек (темно-красных с металлическим блеском и без него, красных, розовых слизистых, розовых с темным центром, бесцветных) выполняют оксидазный тест. Мембранный фильтр колониями

вверх переносят на кружок фильтровальной бумаги, смоченной реактивом для определения оксидазной активности. Учитывая бактерицидность реактивов для определения оксидазной активности, мембранный фильтр сразу после проявления реакции следует перенести обратно на среду Эндо и не позднее 5—7 мин пересеять оксидазоотрицательные колонии в полужидкую среду с глюкозой (если это необходимо по дальнейшему ходу анализа).

Наличие активной оксидазы (изменение цвета колоний на сине-фиолетовый) у всех колоний, за исключением не характерных для БГКП, позволяет дать отрицательный ответ и закончить анализ через 18—24 ч.

Если выросли колонии, не обладающие оксидазной активностью, то из нескольких колоний каждого типа готовят мазки, окрашивают по Граму и микроскопируют. Отсутствие в мазках грам-отрицательных, не образующих спор палочек, позволяет дать отрицательный ответ и закончить анализ через 18—24 ч.

Если красные и темно-красные колонии с металлическим блеском и без него (лактозоположительные) образованы грам-отрицательными палочками, не обладающими оксидазной активностью, то их число подсчитывают и при содержании свыше трех в 1 л питьевой воды централизованного водоснабжения и свыше 10 в 1 л воды децентрализованного водоснабжения немедленно (через 16—18 ч) дают ответ о наличии фекального загрязнения, превышающего норму.

В сомнительных случаях, когда нет уверенности, что колонии образованы бактериями, ферментирующими лактозу, а также при наличии на фильтрах розовых, розовых с центром, бесцветных колоний грам-отрицательных и оксидазоотрицательных палочек, их подсчитывают (каждый тип колоний отдельно) и принадлежность к БГКП подтверждают посевом двух-трех изолированных колоний каждого типа в полужидкую среду с глюкозой. Учет производят через 4—5 ч инкубации посевов при 37° С.

При образовании кислоты и газа результат считают положительным, при отсутствии кислоты и газа — отрицательным. Анализ заканчивают через 24—28 ч. При наличии только кислоты пробирки оставляют в термостате для окончательного учета газа через 24 ч.

Подсчитывают сумму лактозоположительных колоний и тех из лактозоотрицательных, которые ферментируют глюкозу с образованием кислоты и газа при 37° С в течение 24 ч.

Результат анализа вычисляют по ГОСТ 18963—73 и выражают числом БГКП в 1 л воды (коли-индекс).

4.1.3. Определение бактерий — показателей свежего фекального загрязнения (преимущественно *E. coli*).

К бактериям — показателям свежего фекального загрязнения

относят кишечные палочки, обладающие способностью ферментировать лактозу до кислоты и газа при температуре $(44 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ и образовывать индол при этой температуре.

При наличии на мембранных фильтрах темно-красных колоний с металлическим блеском и без него такие колонии (но не более 15) засевают в среду с полужидкой лактозой с добавлением триптофана, предварительно нагретую до температуры $43\text{—}44^\circ\text{C}$. В засеянные пробирки под пробку вставляют реактивные полоски для обнаружения продукции индола, немедленно помещают в термостат и инкубируют при температуре $(44,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ $18\text{—}20$ ч. Образование кислоты и газа в пробирках и ярко-малиновый цвет реактивной полоски указывает на наличие бактерий — показателей свежего фекального загрязнения.

4.2. Проведение полного анализа с помощью переносной лаборатории с последующей доставкой посевов в стационарную лабораторию

С помощью переносной лаборатории, укомплектованной в соответствии с п. 2.2, выполняют посев проб воды для определения числа сапрофитных микроорганизмов и БГКП по пп. 4.1.1; 4.1.2.

Посевы должны быть доставлены в лабораторию не позднее чем через 3—4 ч с момента посева без термостата и через 24 ч при наличии термостата.

Идентификацию БГКП и учет результатов производят в стационарной лаборатории в соответствии с пп. 4.1.1.3 и 4.1.2.3.

4.3. Проведение анализа с помощью переносной лаборатории на месте отбора проб сокращенными методами

4.3.1. Определение числа сапрофитных бактерий

При наличии в комплекте лаборатории аппаратуры и материалов, перечисленных в п. 2.3, производят анализ в соответствии с п. 4.1.1.

Допускается использовать метод мембранных фильтров (4—5 фильтров на одну чашку) или капельную методику (до 8 посевов на одну чашку).

4.3.1.1. Метод мембранных фильтров

Фильтруют с помощью прибора подлежащие анализу пробы воды или ее разбавления.

При отсутствии фильтровального прибора можно выполнить фильтрование, используя фильтр-шприц или несколько слоев фильтровальной бумаги.

Мембранные фильтры, смоченные предварительно в стерильной воде, накладывают на 10—15 слоев фильтровальной бумаги (верхний лист должен быть стерильным) и пипеткой накапывают отдельными порциями требуемый объем воды, не допуская растекания ее за пределы мембранного фильтра.

Фильтры накладывают на поверхность питательного агара, раз-

литого заранее в чашки Петри (или другую посуду), инкубируют посевы 24 ч при 37°С и подсчитывают общее число выросших колоний.

Существенно упрощает подсчет и дает представление о качественном составе сапрофитной микрофлоры использование оксидазного реактива или бумажной индикаторной системы на оксидазу. Выполняют оксидазный тест так же, как это делают при определении БГКП методом мембранных фильтров. После проявления реакции колонии четко видны.

4.3.1.2. Капельный метод

На поверхность хорошо подсушенного питательного агара с помощью микропипетки по каплям вносят 0,01 или 0,02 мл испытуемой воды или ее разведений. Чашки переворачивают только после полного высыхания капли. После инкубации посевов при 37°С 24 ч подсчитывают количество колоний с помощью лупы. Подсчет облегчается проявлением оксидазной реакции после введения по каплям (на место посева) реактива для определения оксидазного теста.

Капельный метод применяют для исследования загрязненных вод из-за малого объема, который можно наносить в виде одной капли.

4.3.2. Определение бактерий группы кишечных палочек

Фильтрование воды через мембранные фильтры допускается производить любым из способов с использованием оборудования, входящего в комплект лаборатории. Необходимым условием при этом являются: после фильтрования нужного объема воды с нижней стороны фильтра должна быть удалена лишняя влага; бактерии должны быть равномерно распределены по фильтрующей поверхности фильтра, не попадать на его края и обратную сторону.

Посевы выращивают на одной из сред для БГКП: Эндо двууглеводной, питательных подкладках и др.

Посевы инкубируют в термостате любой системы. Допускается колебание температуры $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

4.3.2.1. Обработка результатов при работе на двууглеводной среде

На двууглеводной среде все БГКП, включая лактозоотрицательные, растут в виде темно-красных колоний с металлическим блеском или без него.

При отсутствии какого-либо роста на фильтрах или при наличии только пленчатых, губчатых с неровной поверхностью и краями, плесневых и других, не характерных для кишечных палочек колоний, а также бледно-розовых плоских небольших колоний, дают отрицательный ответ.

При росте на фильтрах характерных для кишечных палочек колоний выполняют оксидазный тест, как это описано в п. 4.1.2.3,

и подсчитывают колонии, не изменившие первоначального цвета: темно-красные с металлическим блеском и без него, а также слизистые крупные выпуклые розовые; с красным центром, с отпечатком на обратной стороне фильтра.

В сомнительных случаях или при возникновении разногласий в оценке качества воды определяют способность бактерий ферментировать глюкозу с образованием кислоты и газа, используя полужидкую среду с глюкозой или углеводно-бумажные диски.

При использовании углеводно-бумажных дисков питательный агар, который остался после заливки посевов для определения числа сапрофитных бактерий, разливают толстым слоем в чашки Петри. Диск берут пинцетом, краем забирают подлежащую изучению колонию, а затем опускают в толщину агара под углом к поверхности. При этом не следует допускать образования пузырьков воздуха и опускания диска до дна чашки.

Посевы инкубируют 3—4 ч при 37°С. На положительный результат указывают изменение цвета индикатора и газообразование.

4.3.2.2. *Обработка результатов при использовании питательных подкладок со средой ТРС*

Готовую питательную подкладку смачивают в стерильной чашке Петри, куда налита стерильная дистиллированная вода. После полного пропитывания подкладки снизу на верхнюю ее сторону накладывают мембранный фильтр, через который профильтрован определенный объем испытуемой воды. Подкладку с фильтром помещают в любую стерильную достаточно герметичную камеру типа чашки Петри. Инкубируют посевы при температуре 37°С 18—24 ч. Подсчитывают все выросшие темно-малиновые блестящие колонии. Очень мелкие слабоокрашенные колонии не учитывают.

4.4. *Выполнение анализа воды сигнальными методами*

Сигнальные методы не позволяют получать точные данные о количестве БГКП в воде. Поэтому сигнальные методы могут быть использованы как ориентировочные. При получении результатов, превышающих допустимые нормы, анализ воды выполняют одним из методов, приведенных в пп. 4.1—4.3. Должно быть указано, каким методом проводят анализ (полным, сокращенным или сигнальным).

4.4.1. *Определение числа бактерий группы кишечных палочек с помощью индикаторных питательных полосок*

Для анализа используют индикаторные бумажки для определения кишечных палочек в молоке, молочных продуктах и смывах с оборудования.

Разрезают полиэтиленовый пакетик. Большим и средним пальцами левой руки слегка сжимают пакетик с боков примерно в се-

редине так, чтобы он немного расширился. Полоску вынимают из пакетика пинцетом.

Питательную полоску пинцетом погружают в вертикальном положении в испытуемую воду и держат в воде до полного пропитывания (несколько секунд). Капли воды, оставшиеся на полоске, удаляют осторожным встряхиванием.

Влажную полоску помещают в сжатый в виде трубочки пакетик, не касаясь его стенок.

Пакетик сжимают большим и указательным пальцами левой руки, добиваясь плотного прилипания полоски к его стенкам. Край полоски, за который держали пинцетом, отрывают.

Пакетик из полиэтиленовой пленки герметично запаивают над огнем. Для этого его помещают между двумя предметными стеклами так, чтобы из-под них выступала запаиваемая кромка шириной не более 1 мм, которую быстро проводят над огнем.

Запаянный пакетик помещают в термостат при температуре $(42 \pm 2)^\circ\text{C}$, возможна температура инкубации $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Через 10—12 ч подсчитывают ясно видимые малиновые колонии на обеих сторонах бумажной полоски. При более длительном инкубировании колонии сливаются и подсчет их затрудняется.

Вычисление коли-индекса.

Вычисляют коли-индекс с учетом объема воды, впитывающегося в полоску. Если индикаторная полоска впитывает 0,5 мл испытуемой воды, то величину коли-индекса получают умножением количества подсчитанных колоний на 2000.

Положительный результат свидетельствует о массивном фекальном загрязнении.

4.4.2. Титрационный метод определения бактерий группы кишечных палочек с использованием среды КОДА

Среда имеет в своем составе ингибитор, не требует строгой асептики и не теряет свойств под воздействием света. Ориентировочный ответ может быть дан по изменению цвета индикатора.

Для посева 1 мл воды и ее разведений используют среду нормальной концентрации. Для посева 10, 50 и 100 мл воды используют соответствующие объемы среды двойной концентрации, увеличивая количество сухого препарата на тот же объем воды в 2 раза.

При исследовании питьевой воды централизованного водоснабжения засевают 3 объема по 100 мл, 3 объема по 10 мл и 3 объема по 1 мл. При исследовании питьевой воды децентрализованного водоснабжения засевают 1 объем по 50 мл, 5 объемов по 10 мл и 5 объемов по 1 мл.

При исследовании источников, где предполагается загрязнение, диапазон засеваемых десятикратных объемов воды необходимо расширить, например, 3 по 100 мл, 3 по 10 мл, 3 по 1 мл, 3 по

0,1 мл, чтобы в наименьших объемах получить один или несколько отрицательных результатов.

Допускается использовать при исследовании воды источников децентрализованного водоснабжения схему однорядного посева: 100, 10, 1, 0,1, 0,01 мл.

100 и 10 мл воды вносят во флаконы и пробирки с 100 и 10 мл концентрированной среды КОДА. 1 мл воды и 1 мл из разбавлений вносят в пробирки с 10 мл среды нормальной концентрации. Посевы инкубируют при 37° С.

Результаты учитывают предварительно через 24 ч, окончательно — через 48 ч. Положительным считается появление мути и изменение цвета индикатора. Коли-индекс высчитывается по таблицам в приложении ГОСТ 18963—73 или по таблице в справочном приложении 1 к настоящему стандарту.

Погрешность метода не должна превышать 30 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

Таблица расчета числа бактерий в 1 дм³ воды
(определение индекса)

Число положительных реакций из			Число бактерий в 1 л (индекс)
1 объема по 50 мл	5 объемов по 10 мл	5 объемов по 1 мл	
0	0	0	Менее 10
0	0	1	10
0	0	2	20
0	1	0	10
0	1	1	20
0	1	2	30
0	2	0	20
0	2	1	30
0	2	2	40
0	3	0	30
0	3	1	50
0	4	0	50
1	0	0	10
1	0	1	30
1	0	2	40
1	0	3	60
1	1	0	30
1	1	1	50
1	1	2	70
1	1	3	50
1	2	0	50
1	2	1	70
1	2	2	100
1	2	3	120
1	3	0	80
1	3	1	110
1	3	2	140
1	3	3	180
1	3	4	210
1	4	0	130
1	4	1	170
1	4	2	220
1	4	3	280
1	4	4	350
1	4	5	430
1	5	0	240
1	5	1	350
1	5	2	540
1	5	3	920
1	5	4	1600
1	5	5	Более 2400

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Передвижная лаборатория — лаборатория, которая монтируется на специально для этого предназначенных транспортных средствах (железнодорожных вагонах, автомобилях, судах и т. п.).

Переносная лаборатория — набор оборудования для выполнения санитарно-микробиологического анализа, который возможно переносить человеку или группе лиц на значительное расстояние или перевозить на транспорте, специально для этих целей не предназначенном.

Полевые методы — методы, предназначенные для проведения санитарно-микробиологического анализа вне стационарной лаборатории.

Сигнальные методы — методы ориентировочные, применяемые в геологических партиях, на судах дальнего плавания и т. п.

ВОДА ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Полевые методы анализа

House keeping and potable water.
Field methods of analysisГОСТ
1030—81Взамен
ГОСТ 1030—41

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 августа 1981 г. № 3765 срок действия установлен

с 01.01.83

до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на природные воды хозяйственно-питьевого назначения и устанавливает полевые методы органолептического и физико-химического анализов в процессе гидрогеологической съемки, поисков и разведки источников хозяйственно-питьевого водоснабжения.

Общие требования по ГОСТ 24902—81.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ (ЗАПАХ, ВКУС, ЦВЕТНОСТЬ, МУТНОСТЬ)

1.1. Определение температуры

Температуру воды определяют термометром с делениями на $0,1^{\circ}\text{C}$. Для определения температуры воды колодцев и источников применяют родниковые («ленивые») термометры, для воды буровых скважин — максимальные термометры. Помимо ртутных термометров используют также электрические термометры и термоэлементы.

1.2. Определение запаха

В чистый, без запаха стеклянный сосуд вместимостью 50—100 мл наливают анализируемую воду, примерно на $\frac{3}{4}$ объема, закрывают его стеклянной или корковой пробкой, затем взбалтывают пробу, вынимают пробку и сразу нюхают.

Интенсивность запаха оценивают по пятибалльной системе по ГОСТ 3351—74. При этом учитывают характер запаха (землистый, нефтепродуктов и др.).

1.3. Определение вкуса

Вкус воды определяют при отсутствии подозрений на ее загрязненность. Анализируемую воду набирают в рот, не проглатывая, и задерживают несколько секунд. Интенсивность вкуса оценивают по пятибалльной системе по ГОСТ 3351—74. При этом учитывают характер привкуса (соленый, кислый, щелочной, металлический и др.).

1.4. Определение цветности

Цветность определяют только в прозрачной природной воде. Пробирку диаметром 14—16 мм из бесцветного стекла наполняют анализируемой водой до высоты 10—12 см и рассматривают сверху на белом фоне.

Качественно различают следующие степени цветности: бесцветная, слабо-желтоватая, светло-желтая, желтая, интенсивно желтая.

1.5. Определение мутности

Пробирку диаметром 14—16 мм из бесцветного стекла наполняют анализируемой водой до высоты 10—12 см и рассматривают сверху на черном фоне. Качественно различают следующие степени мутности: прозрачная, слабо опалесцирующая, опалесцирующая, слабо мутная, мутная, очень мутная.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА

2.1. Общие требования

2.1.1. Для анализа химического состава воды применяют: колориметрические методы для определения pH, общего железа, нитрит-иона, иона аммония, нитрат-иона, фтора и суммы металлов; объемные методы — для определения карбоната-иона, гидрокарбонат-иона, хлор-иона, иона кальция и общей жесткости; турбидиметрические методы — для определения сульфат-иона; расчетные методы для определения иона магния, иона натрия, сухого остатка и карбонатной жесткости.

Допускается, кроме установленных настоящим стандартом методов, применять другие методы (например, инструментальные), удовлетворяющие требованиям ГОСТ 24902—81.

2.1.2. Применяемые реактивы должны быть «чистые для анализа» (ч. д. а.) или «химически чистые» (х. ч.), если квалификация специально не оговорена в методе анализа.

2.1.3. Колориметрические методы определения компонентов проводят способом «стандартных серий» в пробирках одинакового диаметра из бесцветного стекла с меткой 5 мл. Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окраски, обычно малоустойчивы. Поэтому шкалы модельных эталонов для сравнения приходится готовить многократно одновременно с проведением анализа воды. Для устранения этого недостатка

разрешается при полевых анализах выполнять колориметрирование не только путем сравнения возникающей окраски с модельными эталонами, но и с имитирующими эту окраску устойчивыми растворами или окрашенными пленочными шкалами. При работе с пленочными шкалами применяют колориметрические пробирки, внутренний диаметр которых не выходит за пределы $(12,8 \pm 0,4)$ мм.

2.1.4. Объемные методы определения компонентов проводят в пробирках вместимостью 15—20 мл и имеющих метку 10 мл. Перед определением пробирку два-три раза ополаскивают анализируемой водой и затем наливают воду до метки. Жидкость перемешивают стеклянной палочкой с шариком на конце. На пробирку с титруемой жидкостью надевают резиновое кольцо и помещают в полевой мутномер (см. п. 2.4.1.4).

Для анализа маломинерализованных вод допускается применять менее концентрированные титрованные растворы (0,02 н. — 0,03 н.).

2.2. Колориметрические методы

2.2.1. Определение водородного показателя (рН)

2.2.1.1. Определение выполняют для интервала рН 5,4—8,0 колориметрическим методом, применяя универсальный индикатор.

2.2.1.2. Подготовка к анализу

Приготовление универсального индикатора

Раствор А. 0,100 г индикатора бромтимоловый синий растворяют в фарфоровой ступке в присутствии 8,0 мл 0,02 н. раствора гидроксида натрия, прибавляют 50 мл этилового спирта ректификата, переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор Б. 0,025 г индикатора метиловый красный растворяют в фарфоровой ступке в присутствии 4,6 мл 0,02 н. раствора гидроксида натрия, прибавляют 50 мл этилового спирта ректификата, переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Растворы А и Б сливают в соотношении 1:1.

Приготовление 0,1%-ного раствора метилового оранжевого — по ГОСТ 4919.1—77.

2.2.1.3. Проведение анализа

Анализируемую воду наливают в колориметрическую пробирку до метки 5 мл, прибавляют при помощи тарированной капельницы 0,10 мл универсального индикатора, перемешивают жидкость и сразу же сравнивают со шкалой эталонов.

Эталоном служат буферные растворы, к 5 мл каждого из которых добавляют 0,10 мл универсального индикатора. Буферные растворы готовят по ГОСТ 4919.2—77.

Шкалу составляют для следующих значений рН: 5,4; 5,6; 5,8; 6,0; 6,2; 6,4; 6,6; 6,8; 7,0; 7,2; 7,4; 7,6; 7,8; 8,0.

Если рН окажется равным или менее 5,4, анализируемую воду проверяют качественной реакцией, добавляя к 5 мл воды каплю 0,1%-ного раствора метилового оранжевого. Если окраска при этом окажется розовой, записывают результаты: $\text{pH} < 4,5$. Анализ пробы на другие компоненты в этом случае прекращают. Если окраска окажется желтой, записывают результат: $\text{pH} < 5,4$. Если рН воды окажется больше 8,0, записывают результат: $\text{pH} > 8,0$.

2.2.2. Определение массовой концентрации железа (Fe)

Ортофенантролиновый метод

2.2.2.1. Определение основано на способности иона закисного железа образовывать в интервале рН 3—9 с ортофенантролином комплексное соединение, окрашенное в оранжево-красный цвет.

Окисное железо восстанавливают до закисного солянокислым гидроксиламином в нейтральной или слабокислой среде

2.2.2.2. Подготовка к анализу

Приготовление 10%-ного раствора гидроокиси натрия

10 г гидроокиси натрия растворяют в 90 мл дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Приготовление 10%-ного раствора солянокислого гидроксилamina.

10 г солянокислого гидроксилamina ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

Приготовление ацетатного буферного раствора

250 г уксуснокислого аммония ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) растворяют в 150 мл дистиллированной воды. Добавляют 700 мл ледяной уксусной кислоты и доводят объем до 1 л дистиллированной водой.

Приготовление 0,1%-ного раствора ортофенантролина

0,10 г моногидрата ортофенантролина ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) растворяют в 100 мл дистиллированной воды, подкисленной 3—4 каплями соляной кислоты (1:1). Реактив хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой.

2.2.2.3. Проведение анализа

10 мл анализируемой воды в зависимости от рН среды доводят из капельниц 10%-ным раствором гидроокиси натрия или соляной кислотой (1:10) в присутствии индикаторной бумаги конго до перехода окраски бумаги в фиолетовый цвет ($\text{pH} 4\text{—}5$). Приливают поочередно 0,2 мл 10%-ного раствора солянокислого гидроксилamina, 1 мл ацетатного буферного раствора и 0,50 мл 0,1%-ного раствора ортофенантролина. После прибавления каждого реактива содержимое пробирки перемешивают. Оставляют раствор не менее чем на 15—20 мин для полного развития окраски. Окрашенный раствор отливают в сухую колориметрическую пробирку до метки 5 мл и сравнивают со шкалой эталонов железа, приготовленных в аналогичных условиях.

Для приготовления шкалы эталонов пользуются разбавленными стандартными растворами соли Мора, приготовленными по ГОСТ 4212—76.

Шкалу составляют для следующих значений Fe (мг/дм³): 0,00; 0,10; 0,20; 0,25; 0,30; 0,40; 0,50; 0,70; 1,00; 1,50.

Если окраска жидкости окажется интенсивнее крайнего эталона (1,5 мг/дм³), анализируемую воду разбавляют в десять раз дистиллированной водой, не содержащей железа, и определение повторяют. При вычислении результатов учитывают величину разбавления.

Дипиридиловый метод

2.2.2.4. Определение основано на способности иона закисного железа образовывать в интервале рН 3,5—8,5 с α , α' -дипиридилком комплексное соединение, окрашенное в красный цвет.

Окисное железо восстанавливают до закисного солянокислым гидроксиламином в нейтральной или слабокислой среде.

2.2.2.5. Подготовка к анализу

Приготовление 0,1%-ного раствора α , α' -дипиридила

0,10 г реактива растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

Реактив хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой.

Приготовление 10%-ного раствора гидроокиси натрия, 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина и ацетатного буферного раствора по п. 2.2.2.2.

2.2.2.6. Проведение анализа

10 мл анализируемой воды в зависимости от рН среды доводят из капельниц 10%-ным раствором гидроокиси натрия или соляной кислотой (1:10) в присутствии индикаторной бумаги конго до перехода окраски бумаги в фиолетовый цвет (рН=4—5). Приливают поочередно 0,2 мл 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина, 1 мл ацетатного буферного раствора и 1,0 мл 0,1%-ного раствора α , α' -дипиридила. После прибавления каждого реактива содержимое пробирки перемешивают. Оставляют раствор не менее чем на 15—20 мин для полного развития окраски. Окрашенный раствор отливают в сухую колориметрическую пробирку до метки 5 мл и сравнивают со шкалой эталонов железа, приготовленных в аналогичных условиях.

Для приготовления шкалы эталонов пользуются разбавленными стандартными растворами соли Мора, приготовленными по ГОСТ 4212—76.

Шкалу составляют для следующих значений Fe (мг/дм³): 0,00; 0,10; 0,20; 0,25; 0,30; 0,40; 0,50; 0,70; 1,00; 1,50.

Если окраска жидкости окажется интенсивнее крайнего эталона (1,5 мг/дм³), анализируемую воду разбавляют в десять раз дис-

тиллированной водой, не содержащей железа, и определение повторяют. При вычислении результатов учитывают величину разбавления.

2.2.3. Определение массовой концентрации нитрит-иона (NO_2^-)

2.2.3.1. Определение основано на реакции нитрит-иона с реактивом Грисса. Сульфаниловая кислота и альфа-нафтиламин, содержащиеся в реактиве, образуют в кислой среде с нитрит-ионом окрашенное в розовый цвет азосоединение.

2.2.3.2. Подготовка к анализу

Приготовление реактива Грисса

Тщательно смешивают растертые в ступке до порошкообразного состояния 89 г винно-каменной кислоты, 10 г сульфаниловой кислоты и 1 г альфа-нафтиламина. Герметически закрытый реактив при хранении в темном месте не должен окрашиваться.

2.2.3.3. Проведение анализа

Анализируемую воду наливают в колориметрическую пробирку до метки 5 мл, добавляют около 0,05 г порошка реактива Грисса, раствор взбалтывают до растворения кристаллов и через 15—20 мин сравнивают со шкалой эталонов азотистокислого натрия, приготовленных в аналогичных условиях. Если температура окружающей среды будет ниже 20—25°С, время выстаивания воды увеличивают или подогревают раствор до 50—60°С и через 5—10 мин колориметрируют.

Для приготовления шкалы эталонов пользуются соответственно разбавленным стандартным раствором азотистокислого натрия, приготовленным по ГОСТ 4212—76.

Шкалу составляют для следующих значений NO_2^- (мг/дм³): 0,00; 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,50; 1,00.

Если окраска жидкости окажется интенсивнее крайнего эталона (1,00 мг/дм³), записывают результат: $\text{NO}_2^- > 1$ мг/дм³.

2.2.4. Определение массовой концентрации иона аммония (NH_4^+)

2.2.4.1. Определение основано на реакции иона аммония с реактивом Несслера. Двуйодистая ртуть, содержащаяся в реактиве, образует в щелочной среде окрашенное в желтый цвет соединение йодистый меркураммоний ($\text{O}=\text{Hg}_2=\text{NH}_2-\text{J}$).

2.2.4.2. Подготовка к анализу

Приготовление реактива Несслера — по ГОСТ 4517—75. Реактив хранят в полиэтиленовой капельнице.

Приготовление виннокислого калия — натрия (сегнетовая соль)

Сегнетовую соль подвергают сушке в термостате при температуре 80—90°С в течение 2—3 ч для удаления аммонийных солей, затем проверяют на чистоту проведением холостого опыта.

2.2.4.3. Проведение анализа

Анализируемую воду наливают в колориметрическую пробирку до метки 5 мл, добавляют ~0,1 г сегнетовой соли и прибавляют из тарированной капельницы 1,0 мл реактива Несслера. Раствор перемешивают и через 1—2 мин сравнивают со шкалой эталонов хлористого аммония, приготовленных в аналогичных условиях.

Для приготовления шкалы пользуются соответственно разбавленным стандартным раствором хлористого аммония, приготовленным по ГОСТ 4212—76.

Шкалу составляют для следующих значений NH_4^+ (мг/дм³): 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0.

Если окраска жидкости окажется интенсивнее крайнего эталона (3,0 мг/дм³), записывают результат: $\text{NH}_4^+ > 3$ мг/дм³.

2.2.5. Определение массовой концентрации нитрат-иона (NO_3^-)

2.2.5.1. Определение основано на реакции между салициловой кислотой и нитрат-ионами с образованием нитропроизводных салициловой кислоты, которые в щелочной среде окрашены в желтый цвет.

Определению мешает ион хлора, если его массовая концентрация в воде превышает 500 мг/дм³, и железо, если его массовая концентрация превышает 0,5 мг/дм³. От влияния более высоких концентраций железа освобождаются в процессе выполнения анализа. При концентрации хлор-иона более 500 мг/дм³ анализируемую воду разбавляют и определение повторяют.

2.2.5.2 Подготовка к анализу

Приготовление 10%-ного раствора салициловой кислоты или салициловокислого натрия

10 г салициловой кислоты или 10 г салициловокислого натрия растворяют в 90 мл этилового спирта (салициловая кислота) или 90 мл дистиллированной воды (салициловокислый натрий).

Приготовление 20%-ного раствора гидроокиси натрия

20 г гидроокиси натрия растворяют в 80 мл дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде плотно закрытым.

2.2.5.3 Проведение анализа

В небольшую фарфоровую чашку наливают пипеткой с делениями на 0,01 см³ 1,00 мл анализируемой воды. Если в воде содержится более 0,5 мг/дм³ железа, в чашку вносят ~0,1 г сегнетовой соли. Содержание чашки выпаривают досуха на водяной бане. По охлаждении в чашку добавляют 4—5 капель раствора салициловой кислоты (салициловокислого натрия) так, чтобы смочить весь сухой остаток и осторожно при помощи пипетки с резиновой грушей около 0,5 мл концентрированной серной кислоты плотностью 1,83 г/см³. Стеклопалочкой тщательно растирают сухой остаток с кислотой по дну и стенкам чашки. Затем, вынув палочку из чашки, дают жидкости постоять около 5 мин

и добавляют 3—4 мл дистиллированной воды с таким расчетом, чтобы смыть стенки чашки. К полученному сернокислому раствору осторожно приливают маленьким цилиндром или градуированной пробиркой 4—5 мл 20%-ного раствора гидроокиси натрия. При наличии в анализируемой воде нитрат-иона сразу возникает желтая окраска.

Содержимое чашки по стеклянной палочке сливают в пробирку с меткой на 10 мл, ополаскивают чашку и палочку небольшими порциями (по несколько капель) дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки. Если при этом выпадает осадок основных солей магния, то раствор оставляют для отстаивания осадка. Прозрачный раствор наливают в колориметрическую пробирку до метки 5 мл и сравнивают со шкалой эталонов, приготовленных в аналогичных условиях.

Для приготовления шкалы пользуются соответственно разбавленным стандартным раствором азотнокислого калия, приготовленным по ГОСТ 4212—76.

Шкалу составляют для следующих значений NO_3^- (мг/дм³): 0; 5; 10; 15; 20; 30; 40; 45; 50; 60.

Шкала устойчива в течение 6 мес при хранении в сосудах с притертой стеклянной пробкой в темном месте.

Если окраска жидкости окажется интенсивнее крайнего эталона (60 мг/дм³), анализируемую воду разбавляют в 5 раз дистиллированной водой и определение повторяют. При вычислении результатов учитывают величину разбавления.

2.2.6. Определение массовой концентрации суммы металлов (ΣMe)

2.2.6.1. Определение основано на реакции цинка, меди и свинца с дитизоном, в результате которой образуются окрашенные в оранжево-красный цвет дитизонаты металлов.

2.2.6.2. Подготовка к анализу

Приготовление аммиака

Для определения суммы металлов применяют аммиак высокой степени чистоты. При отсутствии аммиака квалификации «ос. ч», его получают насыщением очищенной дистиллированной воды концентрированным аммиаком. Для этого в эксикатор наливают 1 л 25%-ного аммиака и на вкладыш эксикатора ставят выпарительную чашку с 500 мл очищенной воды. Эксикатор закрывают и оставляют на двое суток. Получают в чашке аммиак концентрацией $\sim 17\%$.

Очищенную дистиллированную воду получают повторной перегонкой дистиллированной воды. Воду доводят до необходимой чистоты 0,01%-ным раствором очищенного дитизона в четыреххлористом углероде, добавляя на 300—500 мл воды порциями по 10—15 мл дитизона до тех пор, пока зеленый цвет раствора перестанет изменяться.

Полученный очищенный раствор аммиака разбавляют очищенной дистиллированной водой в 10 раз, прибавляя 10 мл аммиака к 100 мл воды.

Приготовление буферного раствора ($pH=8,0$)

Смешивают 55,9 мл 0,05 н. раствора буры с 44,1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты (см. ГОСТ 4819.2—77). Компоненты буферных растворов готовят на очищенной дистиллированной воде.

Приготовление четыреххлористого углерода

Четыреххлористый углерод очищают перегонкой в стеклянном аппарате с дефлегматором при $76^{\circ}C$ на водяной бане. Перегонку проводят под тягой.

Приготовление очищенного дитизона

1 г препарата растворяют в 100 мл хлороформа. Жидкость помещают в делительную воронку вместимостью 500 мл, добавляют 10 мл 3%-ного раствора аскорбиновой кислоты и 100 мл разбавленного очищенного аммиака (1:100). Встряхивают смесь в воронке в течение 2 мин, затем оставляют воронку в вертикальном положении до полного разделения слоев. Нижний хлороформенный слой сливают в другую делительную воронку, следя за тем, чтобы в оранжевом водном аммиачном растворе не осталось капелек хлороформа. Извлечение дитизона свежими порциями аммиачного раствора с аскорбиновой кислотой повторяют до тех пор, пока новые порции водно-аммиачного раствора перестанут окрашиваться в желтый цвет (для этого обычно требуется 5—6 извлечений). Аммиачные экстракты, содержащие дитизон, собирают вместе в делительную воронку вместимостью 1 л и, осторожно помещивая, нейтрализуют соляной кислотой (1:1), пока дитизон выпадет в виде темных хлопьев, а цвет раствора из оранжевого перейдет в бледно-зеленоватый. Полученный дитизон отфильтровывают через бумажный фильтр, два-три раза промывают 1%-ным водным раствором аскорбиновой кислоты, собирая осадок струей из промывалки в нижнюю часть фильтра, и оставляют на воздухе до высушивания. Очищенный дитизон хранят в темной бюксе или пробирке с притертой пробкой. Все работы по очистке дитизона проводят в вытяжном шкафу.

Приготовление 0,01%-ного раствора дитизона

0,010 г дитизона растворяют в 100 мл четыреххлористого углерода. Раствор хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой. Срок годности 6 мес.

Чистота применяемых для определения суммы металлов реактивов и посуды проверяется проведением холостых опытов.

2.2.6.3. Проведение анализа

В ополоснутую несколько раз анализируемой водой делительную воронку вместимостью 100 мл с предварительно нанесенной на ней меткой 25 мл наливают до метки анализируемую воду, прибавляют 1,0 мл буферного раствора и при помощи тарированной

капельницы или пипетки с резиновой грушей 2,0 мл 0,01%-ного раствора дитизона. Встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин, вносят из капельницы 2 капли раствора очищенного аммиака (концентрации 1:10) и вновь встряхивают в течение 15—20 с. Воронку оставляют до расслоения жидкости. После расслоения сливают органический слой в колориметрическую пробирку и сравнивают со шкалой эталонов, приготовленных в тех же условиях.

Основной стандартный раствор суммы металлов готовят из смеси цинка, меди и свинца в молярных соотношениях 3:1:1. С этой целью в мерную колбу вместимостью 1 л помещают 0,392 г металлического цинка, 0,127 г металлической меди и 0,414 г металлического свинца, приливают 20 мл концентрированной азотной кислоты и после растворения металлов доливают дистиллированной водой до метки. Получают 0,01 М раствор суммы металлов.

Раствор устойчив в течение года.

Из основного стандартного раствора готовят рабочий стандартный раствор концентрацией 0,001 ммоль/дм³.

Разбавление проводят в два этапа. Вначале получают промежуточный раствор разбавлением основного раствора в 100 раз, а затем разбавлением промежуточного раствора еще в 100 раз.

Промежуточный раствор устойчив в течение месяца.

Из рабочего стандартного раствора соответствующим разбавлением готовят эталоны шкалы. Все операции по приготовлению конечного рабочего и эталонных растворов выполняются в день проведения анализа.

Все разбавления проводят очищенной дистиллированной водой.

Шкалу составляют для следующих значений в анализируемой воде ΣMe : 0,0000; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0005; 0,0008; 0,0010 ммоль/дм³, что соответствует в условном пересчете ΣMe на цинк (с округлением до одного значащего десятичного знака) 0,000; 0,006; 0,010; 0,020; 0,030; 0,050; 0,060 мг/дм³.

Если окраска жидкости окажется интенсивнее крайнего эталона, результат записывают: $\Sigma\text{Me} > 0,001$ ммоль/дм³.

2.2.7. Определение массовой концентрации фтора (F)

2.2.7.1. Определение основано на реакции фтора и лантанализаринкомплексонового лака с образованием окрашенного в синий цвет тройного комплекса фторида, трехвалентного лантана и ализаринкомплексона. Определению мешают алюминий, железо и повышенное содержание органических веществ.

Ввиду того, что содержание алюминия в нейтральных и околонейтральных природных водах (pH=6—8) обычно очень незначительно, влиянием алюминия пренебрегают.

От влияния органических веществ освобождаются, как указано в п. 2.2.7.3.

Железо начинает оказывать заметное влияние на определение фтора при массовой концентрации железа более 2 мг/дм³. Поэтому в сильно железистых водах определение фтора по настоящему стандарту не проводят.

2.2.7.2. Подготовка к анализу

Приготовление лантанализаринкомплексного лака

Лак готовят смешиванием следующих растворов

Раствор соли лантана: 1,293 г бромистого лантана ($\text{LaBr}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$) или 0,905 г хлористого лантана ($\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 10 мл кислоты (1:10) и доводят дистиллированной водой до метки;

раствор ализаринкомплексона: 0,240 г ализаринкомплексона помещают в небольшой стаканчик или стеклянную бюксу, приливают 11 мл аммиачного буферного раствора и растирают стеклянной палочкой до полного растворения реактива;

аммиачный буферный раствор: 20 г уксуснокислого аммония ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) растворяют в мерной колбе вместимостью 100 мл в 30—50 мл дистиллированной воды, приливают 10 мл 25%-ного раствора аммиака и доводят до метки дистиллированной водой;

ацетатный буферный раствор (pH=5,0): 41 г уксуснокислого аммония ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл; смачивают дистиллированной водой, приливают 30 мл ледяной уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

Лантанализаринкомплексный лак готовят из указанных растворов следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 л наливают 50,0 мл раствора соли лантана, прибавляют весь объем (250 мл) ацетатного буферного раствора и весь объем (11,0 мл) раствора ализаринкомплексона, приливают 500 мл ацетона и доводят дистиллированной водой до метки. Ввиду токсичности и горючести ацетона реактив готовят под тягой.

Раствор хранят в склянке из стекла с притертой пробкой в темном месте. Срок годности 6 мес.

Приготовление буферной смеси

3,60 г янтарной кислоты растирают в ступке с 7,00 г тетраборнокислого натрия ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Смесь хранят в плотно закрытом сосуде.

2.2.7.3. Проведение анализа

Анализируемую воду наливают в колориметрическую пробирку до метки 5 мл, вносят ~0,1 г буферной смеси и перемешивают до растворения; pH раствора при этом будет ~5,0.

Затем приливают к пробе при помощи пипетки с резиновой грушей 2,0 мл лантанализаринкомплексного лака, перемешивают и через 20 мин сравнивают со шкалой эталонов, приготовленных в аналогичных условиях.

Для приготовления шкалы эталонов пользуются разбавленным стандартным раствором фтористого натрия, приготовленным по ГОСТ 4212—76.

Шкалу составляют для следующих значений F (мг/дм³): 0,0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,2; 1,5; 1,7; 2,0.

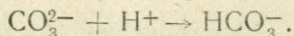
Если окраска жидкости окажется синее, чем крайний эталон (2,0 мг/дм³), анализируемую воду разбавляют в 2—5 раз дистиллированной водой и определение повторяют. При вычислении результатов учитывают величину разбавления.

При повышенном содержании в анализируемой воде растворенных органических веществ определить фтор по настоящему стандарту невозможно (окраска колориметрируемой жидкости получается другого оттенка, чем шкала эталонов). В этих случаях порцию анализируемой воды объемом 20—25 мл встряхивают в течение 3—5 мин с небольшим количеством порошка активированного угля марки БАУ или ОУ щелочной и фильтруют. Определение фтора выполняют из фильтрата.

2.3. Объемные методы

2.3.1. Определение массовой концентрации карбонат-иона (CO_3^{2-})

2.3.1.1. Определение основано на реакции карбонат-иона с ионами водорода:



Анализ проводится титриметрическим методом в присутствии индикатора фенолфталеина. Присутствие аналитических концентраций карбонат-иона возможно лишь в водах, рН которых более 8,0—8,2.

2.3.1.2. Подготовка к анализу

Приготовление 0,1%-ного раствора фенолфталеина— по ГОСТ 4919.1—77.

Приготовление 0,05 н. титрованного раствора соляной кислоты из фиксанала.

2.3.1.3. Проведение анализа

В пробирку с меткой 10 мл наливают до метки анализируемую воду и прибавляют из тарированной капельницы ~0,1 мл 0,1%-ного раствора фенолфталеина. Если вода остается бесцветной или слабо-розовой— карбонат-ион отсутствует. Если жидкость окрасится в отчетливо розовый цвет, ее титруют 0,05 н. раствором соляной кислоты до тех пор, пока окраска побледнеет до слабо-розовой. Полученный раствор оставляют для определения гидрокарбонат-иона (см. п. 2.3.2.3).

2.3.1.4. Обработка результатов

Массовую концентрацию карбонат-иона (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot n \cdot 60 \cdot 1000}{V_1},$$

где V — объем титрованного раствора соляной кислоты, израсходованный на определение, мл;

n — нормальность раствора соляной кислоты;

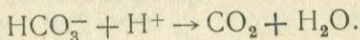
V_1 — объем воды, взятый для анализа, мл;

60 — эквивалентная масса карбонат-иона в данной реакции.

Полученный результат округляют до целых чисел.

2.3.2. Определение массовой концентрации гидрокарбонат-иона (HCO_3^-)

2.3.2.1. Определение основано на реакции гидрокарбонат-иона с ионами водорода:



Анализ проводится титриметрическим методом в присутствии индикатора метилового оранжевого.

2.3.2.2. Подготовка к анализу

Приготовление 0,1%-ного раствора метилового оранжевого — по ГОСТ 4919.1—77.

Приготовление 0,05 н. титрованного раствора соляной кислоты из фиксаналя

2.3.2.3. Проведение анализа

В пробирку с меткой 10 мл наливают до метки анализируемую воду и прибавляют 1—2 капли 0,1%-ного раствора метилового оранжевого. Титруют жидкость 0,05 н. раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски жидкости в розовую.

Если в анализируемой воде был найден карбонат-ион, определение гидрокарбонат-иона продолжают в той же пробе, в которой определялся карбонат-ион (см. п. 2.3.1.3). При вычислении массовой концентрации количество титрованного раствора соляной кислоты уменьшают на объем, пошедший при определении карбонат-иона.

2.3.2.4. Обработка результатов

Массовую концентрацию гидрокарбонат-иона (X_1) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot n \cdot 61 \cdot 1000}{V_4},$$

где V_2 — объем титрованного раствора соляной кислоты, израсходованный на определение HCO_3^- , мл;

V_3 — объем титрованного раствора соляной кислоты, израсходованный на определение CO_3^{2-} , мл;

n — нормальность раствора соляной кислоты;

V_4 — объем воды, взятый на анализ, мл;

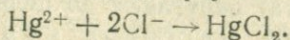
61 — эквивалентная масса гидрокарбонат иона.

Полученный результат округляют до целых чисел.

2.3.3. Определение массовой концентрации хлор-иона (Cl^-)

Меркуриметрический метод

2.3.3.1. Определение основано на реакции хлор-иона с ионом двухвалентной ртути, которая образует растворимую, но мало-диссоциированную соль — хлорную ртуть:



В качестве индикатора используется дифенилкарбазон. Величина рН титруемого раствора устанавливается в интервале 3,0—3,5 (контролируется индикатором бромфеноловым синим в процессе проведения анализа).

2.3.3.2. Подготовка к анализу

Приготовление смешанного индикатора (раствор)
0,50 г дифенилкарбазона и 0,050 г бромфенолового синего растворяют в 100 мл спирта ректификата.

Приготовление азотной кислоты (1:200)

Приливают мерным цилиндром 5 мл концентрированной азотной кислоты к 1 л дистиллированной воды.

Приготовление азотнокислой ртути 0,05 н. титрованного раствора.

8,4 г азотнокислой ртути ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 100 мл дистиллированной воды, содержащей 1—1,5 мл концентрированной азотной кислоты, и доводят раствор дистиллированной водой до 1 л. Нормальность раствора азотнокислой ртути устанавливают по 0,05 н. раствору хлористого натрия, проводят титрование по п. 2.3.3.3.

2.3.3.3. Проведение анализа

В пробирку с меткой 10 мл наливают до метки анализируемую воду и прибавляют из тарированной капельницы около 0,1 мл раствора смешанного индикатора до фиолетовой окраски. Прибавляют по каплям раствор азотной кислоты (1:200) до перехода окраски в желтый цвет и еще 1—2 капли азотной кислоты. Подготовленную таким образом жидкость титруют 0,05 н. раствором азотнокислой ртути до перехода окраски из желтой в сине-фиолетовую.

2.3.3.4. Обработка результатов

Массовую концентрацию хлор-иона (X_2) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_5 \cdot n \cdot 35,5 \cdot 1000}{V_6},$$

где V_5 — объем титрованного раствора азотнокислой ртути, израсходованный на определение, мл;

n — нормальность титрованного раствора азотнокислой ртути;

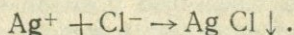
V_6 — объем воды, взятый на анализ, мл;

35,5 — эквивалентная масса хлора.

Полученный результат округляют до целых чисел.

Аргентометрический метод

2.3.3.5. Метод основан на реакции хлор-иона с ионом серебра:



В качестве индикатора используется хромовокислый калий.

Титрование можно выполнять в пределах pH (5,0—8,0).

2.3.3.6. Подготовка к анализу

Приготовление 10%-ного раствора хромовокислого калия

10 г K_2CrO_4 растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

Приготовление 0,05 н. титрованного раствора азотнокислого серебра

Готовят из фиксаналя или из препарата соли азотнокислого серебра. В последнем случае навеску 8,5 г AgNO_3 растворяют в 1 л дистиллированной воды и устанавливают нормальность по 0,05—0,1 н. раствору хлористого натрия, приготовленному из фиксаналя. Титрование проводят по п. 2.3.3.3.

2.3.3.7. Проведение анализа

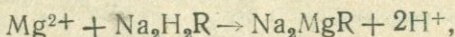
В пробирку с меткой 10 мл наливают до метки анализируемую воду, прибавляют из тарированной капельницы $\sim 0,1$ мл 10%-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,05 н. раствором азотнокислого серебра до появления не исчезающей бурой окраски.

2.3.3.8. Обработка результатов

Массовую концентрацию хлор-иона (X_2) в мг/дм³ вычисляют по п. 2.3.3.4.

2.3.4. Определение общей жесткости

2.3.4.1. Определение основано на реакции солей кальция и магния с реактивом двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б):



где R — радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Анализ проводится титриметрическим методом в присутствии индикатора эриохромчерный Т.

2.3.4.2. Подготовка к анализу

Приготовление буферного раствора

5 г хлористого аммония (NH_4Cl) растворяют в дистиллированной воде, добавляют 40 мл 10%-ного раствора аммиака, приготовленного по ГОСТ 4517—75, и доводят объем дистиллированной водой до 100 мл.

Приготовление индикатора эриохромчерный Т по ГОСТ 4919.1—77.

Приготовление 0,05 н. титрованного раствора трилона Б из фиксаналя

2.3.4.3. Проведение анализа

В пробирку с меткой 10 мл наливают до метки анализируемую воду из тарированной капельницы, приливают 0,2 мл буферного раствора и вносят 0,02—0,03 г смеси индикатора эриохромчерный Т. Раствор перемешивают и медленно титруют 0,05 н. раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной через фиолетово-синюю в ярко-голубую.

2.3.4.4. Обработка результатов

Общую жесткость (X_3) в мг·экв/дм³ вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V_7 \cdot n \cdot 1000}{V_8},$$

где V_7 — объем титрованного раствора трилона Б, израсходованный на определение, мл;

n — нормальность раствора трилона Б;

V_8 — объем воды, взятый на анализ, мл.

Полученный результат округляют до второго десятичного знака.

2.3.5. Определение массовой концентрации иона кальция (Ca^{2+})

2.3.5.1. Определение основано на реакции иона кальция с реактивом двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б):

$$\text{Ca}^{2+} + \text{Na}_2\text{H}_2\text{R} \rightarrow \text{Na}_2\text{CaR} + 2\text{H}^+,$$

где R — радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Анализ проводится титриметрическим методом в сильно щелочной среде ($\text{pH} \sim 12-13$) в присутствии индикатора флуорексона (кальцеин).

2.3.5.2. Подготовка к анализу

Приготовление флуорексона (кальцеина) — по ГОСТ 4919.1—77.

Приготовление соляной кислоты (1:100)

Приливают мерным цилиндром 10 мл концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) к 1 мл дистиллированной воды.

Приготовление 10%-ного раствора гидроокиси натрия
10 г гидроокиси натрия растворяют в 90 мл дистиллированной воды. Раствор отстаивают 2 дня и хранят в плотно закрытом полиэтиленовом сосуде.

Приготовление 0,05 н. титрованного раствора трилона Б из фиксаналя

2.3.5.3. Проведение анализа

В пробирку с меткой 10 мл наливают до метки анализируе-

мую воду и удаляют гидрокарбонат-ион. Для этого в пробирку помещают кусочек бумаги конго и прибавляют по каплям раствор соляной кислоты (1:100) при интенсивном перемешивании шариком-мешалкой до перехода окраски бумаги из красной в сиреневую. При перемешивании удаляется и большая часть двуокси углерода, мешающего определению.

Бумагу извлекают и прибавляют из титрованной полиэтиленовой капельницы $\sim 0,5$ мл 10%-ного раствора гидроокиси натрия и 0,02—0,03 г индикатора флуорексон (индикатор целесообразно отбирать титрованным мерничком). Раствор перемешивают и титруют на фоне черной бумаги 0,05 н. раствором трилона Б до перехода флуоресцирующей окраски из зеленой в розовую.

2.3.5.4. Обработка результатов

Массовую концентрацию иона кальция (X_4) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_9 \cdot n \cdot 20 \cdot 1000}{V_{10}},$$

где V_9 — объем титрованного раствора трилона Б, израсходованный на определение, мл;

n — нормальность раствора трилона Б;

V_{10} — объемы воды, взятой на анализ, мл;

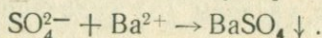
20 — эквивалентная масса кальция.

Полученный результат округляют до целых чисел.

2.4. Турбидиметрические методы

2.4.1. Определение массовой концентрации сульфат-иона (SO_4^{2-})

2.4.1.1. Определение основано на реакции сульфат-иона с ионами бария и образовании осадка сульфата бария.



Для определения величины осадка используются различные варианты турбидиметрического метода.

В водах, содержащих SO_4^{2-} менее 30 мг/дм³, определение проводят путем сравнения образовавшегося осадка с эталонами или со «стандартной суспензией», а при содержании более 30 мг/дм³ — по измерению высоты столба суспензии сульфата бария.

Анализ выполняют в прозрачной воде. Если вода содержит механические примеси и взвеси, ее предварительно фильтруют.

Метод определения сравнения с эталонами

2.4.1.2. Определение основано на сравнении интенсивности образовавшегося помутнения от выделившегося осадка сульфата бария с модельными эталонами, приготовленными одновременно с анализируемой пробой.

2.4.1.3. Подготовка к анализу

Приготовление азотнокислого бария (насыщенный раствор)

10 г $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ растворяют при нагревании в 100 мл дистиллированной воды и охлаждают до комнатной температуры. Выпавшие кристаллы азотнокислого бария не препятствуют использованию раствора.

2.4.1.4. Проведение анализа

Анализируемую воду наливают в пробирку до метки 10 мл, добавляют из капельницы 2 капли раствора соляной кислоты (1:1) и 0,5 мл насыщенного раствора азотнокислого бария, взбалтывают и через 10—15 мин сравнивают со шкалой эталонов, приготовленных в аналогичных условиях в пробирках того же диаметра и цвета стекла.

Шкалу рекомендуется составить для следующих значений SO_4^{2-} (мг/дм³): 0; 5; 10; 20; 25; 30.

Метод определения с применением стандартной суспензии

2.4.1.5. Определение основано на сопоставлении интенсивности образовавшегося помутнения от выделившегося осадка сульфата бария, с помутнением, образующимся при внесении в воду, помещенную в контрольную пробирку, суспензии сульфата бария.

2.4.1.6. Подготовка к анализу

Приготовление азотнокислого бария (насыщенный раствор) и соляной кислоты (1:1) по п. 2.4.1.3.

Приготовление стандартной суспензии

Стандартную суспензию готовят смешиванием двух растворов.

Раствор А — 1,09 г высушенного при температуре 105—110°С $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в дистиллированной воде.

Раствор Б — 0,1 н. (приблизительно) раствор серной кислоты, в которую добавляют 50 мл 5%-ного раствора питьевого желатина на каждый литр кислоты (5 г желатина растворяют в 95 мл горячей воды).

Стандартную суспензию готовят смешиванием равных объемов растворов А и Б и через 10—15 мин употребляют. 1 мл такой суспензии содержит 0,486 мг BaSO_4 , что соответствует 0,200 мг SO_4^{2-} . Суспензия пригодна в течение рабочего дня.

2.4.1.7. Проведение анализа

Анализируемую воду наливают в пробирку из бесцветного стекла до метки 10 мл, добавляют из капельницы 2 капли раствора соляной кислоты (1:1) и 0,5 мл насыщенного раствора азотнокислого бария и взбалтывают. Через 10—15 мин перемешивают еще раз. Одновременно с последним перемешиванием в другую пробирку такого же диаметра наливают 10 мл той же анализируемой воды и при помощи градуировочной пипетки приливают хорошо взболтанную свежеприготовленную «стандартную суспензию» до образования помутнения, одинакового по интенсивности с помутнением в первой пробирке.

2.4.1.8. Обработка результатов

Массовую концентрацию сульфат-иона (X_5) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_5 = V_{11} \cdot 0,2 \cdot 100,$$

где V_{11} — объем стандартной суспензии, мл;

0,2 — концентрация суспензии, соответствующая мг/см³;

100 — коэффициент пересчета на объем 1 л.

2.4.1.9. Метод определения по высоте столба суспензии

Определение основано на изменении степени помутнения от осадка сульфата бария, образующегося в результате реакции сульфат-иона и иона бария при соответствующих условиях проведения анализа.

2.4.1.10. Аппаратура

Пробирки мутномерные. Применяются пробирки бесцветного прозрачного стекла внутренним диаметром 14,0—14,5 мм и вместимостью около 20 мл. Пробирки градуируются по высоте до 100 мм через 1 мм (градуировка может быть заменена полоской миллиметровой бумаги, наклеенной на пробирку). На дне пробирки черным лаком или другой несмывающейся краской наносят по всей площади дна крест с четырьмя точками. Толщина линий креста и точек около 1 мм.

Мутномер полевой. Полевой мутномер (см. чертеж) представляет собой брусок, выполненный из дерева или темной пластмассы с двумя просверленными сквозными отверстиями для мутномерных пробирок. Он укрепляется на плоской фанерной или пластмассовой подставке. Нижняя часть бруска обрезана на расстоянии 40 мм от подставки. В обрезанной части бруска к стенкам мутномера крепится экран, представляющий собой дощечку с белой поверхностью. Экран должен иметь возможность вращаться на 45°.

2.4.1.11. Подготовка к анализу

Приготовление азотнокислого бария (насыщенный раствор) и соляной кислоты (1:1) по п. 2.4.1.3.

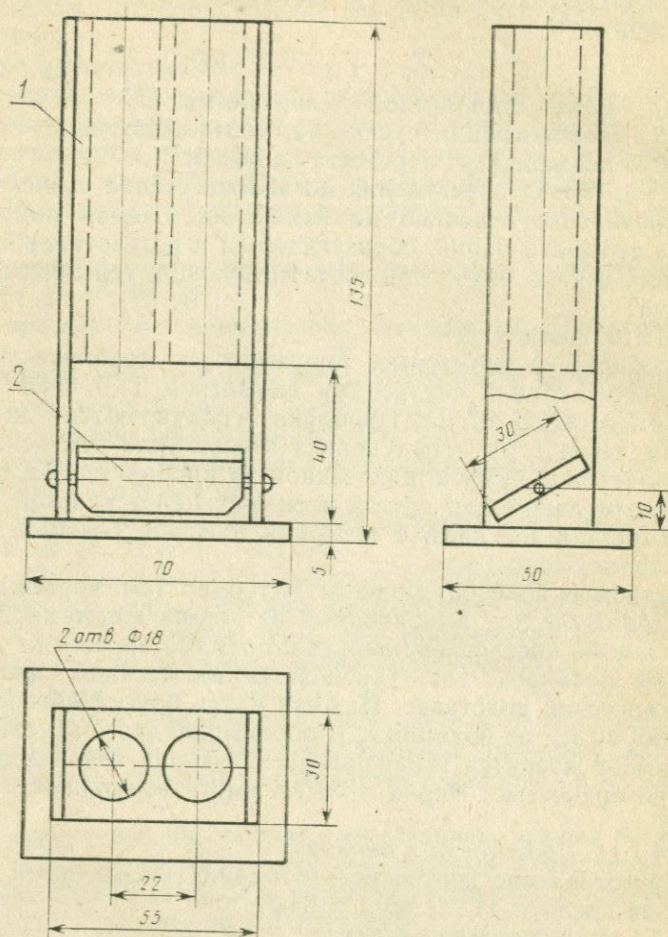
2.4.1.12. Проведение анализа

Для проведения анализа пользуются двумя мутномерными пробирками. На каждую пробирку надевают резиновое кольцо и обе пробирки вставляют в отверстия мутномера. Передвижением колец пробирки фиксируют таким образом, чтобы нижняя часть пробирок была выдвинута в вырез мутномера на расстояние около 1 см. Экран устанавливают под углом 45° к подставке (при этом дно пробирок окажется на требуемом расстоянии 2 см от экрана).

Работа проводится при рассеянном, но достаточно сильном (200—500 лк) дневном освещении экрана.

В одну из мутномерных пробирок наливают анализируемую воду до высоты 100 мм. Прибавляют из капельницы 2 капли раст-

Полевой мутномер



1 — отверстие для мутномерных пробирок; 2 — экран

вора соляной кислоты (1:1) и 0,5 мл насыщенного раствора азотнокислого бария. Содержимое пробирки взбалтывают и оставляют на 5—7 мин, после чего пробирку взбалтывают еще раз и образовавшуюся суспензию BaSO_4 отбирают пипеткой в другую пустую мутномерную пробирку до тех пор, пока в первой пробирке появится едва заметное изображение точек рисунка на дне и затем измеряют высоту столба оставшейся суспензии, которую контролируют в другой пробирке, отмечая момент, когда изображение

точек на ее дне скроется. Берут средний результат обоих измерений и по табл. 3 находят содержание сульфат-иона в анализируемой воде.

Таблица 3

Высота столба суспензии, мм	Массовая концентра- ция SO_4^{2-} , мг/дм ³	Высота столба суспензии, мм	Массовая концентра- ция SO_4^{2-} , мг/дм ³
100	33	65	50
95	35	60	53
90	38	55	56
85	40	50	59
80	42	45	64
75	45	40	72
70	47		

Если изображение на дне мутномерной пробирки при высоте столба суспензии окажется менее 40 мм, пробу разбавляют дистиллированной водой в два раза и определение повторяют.

Если в этом случае суспензия окажется слишком плотной, повторяют определение при разбавлении анализируемой воды в 4 раза и т.д., увеличивая разбавление каждый раз вдвое. Общую величину разбавления учитывают при вычислении окончательного результата.

2.5. Расчетные методы

2.5.1. Определение массовой концентрации иона магния (Mg^{2+})

Массовую концентрацию иона магния (X_6) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_6 = (a - c \cdot 0,05) \cdot 12,16,$$

где a — общая жесткость, мг/дм³;

c — массовая концентрация иона кальция, мг/дм³;

0,05 — коэффициент для пересчета иона кальция в миллиграмм-эквивалентную форму;

12,16 — эквивалентная масса магния.

Полученный результат округляют до целых чисел.

2.5.2. Определение массовой концентрации иона натрия (Na^+)

Массовую концентрацию иона натрия (X_7) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_7 = (\Sigma A - a) \cdot 23,$$

где ΣA — сумма анионов, мг·экв/дм³ (см. табл. 4);

a — общая жесткость, мг·экв/дм³;

23 — эквивалентная масса натрия.

Ввиду того, что массовая концентрация иона калия в природных водах обычно играет подчиненную роль, ее условно учитывают в данном расчете в виде массовой концентрации иона натрия.

Полученный результат округляют до целых чисел.

Для пересчета массовых концентраций ионов в миллиграмм-эквивалентную форму массовые концентрации главных ионов, найденные анализом и выраженные в мг/дм³, умножают на коэффициенты, указанные в табл. 4.

Таблица 4

Анионы	Коэффициент	Катионы	Коэффициент
HCO_3^-	0,0164	Ca^{2+}	0,0500
CO_3^{2-}	0,0333	Mg^{2+}	0,0822
Cl^-	0,0282		
SO_4^{2-}	0,0208		
NO_3^-	0,0161		

2.5.3. Определение сухого остатка

Результаты определения массовых концентраций всех ионов, выраженные в мг/дм³, суммируют (гидрокарбонат-ион суммируется в количестве 50%). Получают вычисленный сухой остаток, выраженный в мг/дм³.

2.5.4. Вычисление карбонатной жесткости

Карбонатную жесткость вычисляют в мг-экв/дм³ путем суммирования гидрокарбонат и карбонат-ионов, выраженных в мг-экв/дм³.

Если карбонатная жесткость окажется больше общей жесткости, ее считают равной последней.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Отбор проб

Drinking water. Sampling

ГОСТ
24481—80Взамен
ГОСТ 4979—49
в части отбора проб
питьевой воды

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 декабря 1980 г. № 6043 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.

до 01.01. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

1. Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает правила отбора, транспортирования и хранения проб воды, подаваемой централизованными системами хозяйственно-питьевого водоснабжения и водопроводами, подающими воду одновременно для хозяйственно-питьевых и производственных целей.

2. Стандарт не распространяется на отбор проб из источников водоснабжения и на отбор проб воды, предназначенной для бактериологического анализа.

3. Пробы воды должны отбираться перед поступлением в распределительную сеть, а также в самой сети.

4. Место и частота отбора проб — по ГОСТ 2874—73.

5. Объем пробы устанавливается в зависимости от определяемых ингредиентов и указан в соответствующем стандарте на метод анализа и обязательном приложении.

6. Пробы отбирают в химически чистые сосуды с притертыми пробками (допускаются корковые и полиэтиленовые пробки), изготовленные из прочного, бесцветного химически стойкого стекла или в полиэтиленовые сосуды, разрешенные для контакта с питьевой водой. Пробы, предназначенные для анализа на содержание органических веществ, отбирают только в стеклянные сосуды с притертыми пробками.

7. Отбор пробы производится после спуска воды в течение не менее 15 мин при полностью открытом кране.

8. Перед отбором пробы сосуд не менее двух раз споласкивается водой, подлежащей исследованию.

9. Сосуд заполняется водой до верха. Перед закрытием сосуда пробкой верхний слой сливается так, чтобы под пробкой оставался слой воздуха объемом 5—10 см³. В общую посуду отбирают пробу на анализ только тех ингредиентов, которые имеют тождественные условия консервирования и хранения.

10. Определение остаточного хлора, озона и запаха (без нагревания) проводится на месте отбора пробы.

11. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в тару, обеспечивающую сохранность и предохраняющую от резких перепадов температуры.

12. Вода должна быть подвергнута исследованию в день отбора. Если это невозможно, отобранные пробы помещают для хранения в холодильник и консервируют. Способы консервирования и условия хранения указаны в соответствующих стандартах на методы анализа и обязательном приложении.

13. Срок хранения проб и выполнения анализа не должен превышать 72 ч с момента отбора.

14. О длительности хранения воды делается отметка в протоколе анализа.

15. При отборе проб в целях Государственного санитарного надзора составляется сопроводительный документ по форме, утвержденной Министерством здравоохранения СССР.

СПОСОБЫ КОНСЕРВИРОВАНИЯ И УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ ПРОБ ПИТЬЕВОЙ ВОДЫ

Определяемый ингредиент	Объем пробы, мл	Количество консерванта на 1 л пробы	Посуда	Сроки и условия хранения проб
1. Остаточный озон	1000	Не консервируют	Стеклянная	Не хранят. Определение проводят на месте отбора
2. Остаточный хлор	500	То же	То же	То же
3. Запах (без нагревания)	100	»	»	»
4. pH	200	»	Стеклянная или полиэтиленовая	Не хранят. Определение проводят не позднее чем через 2 ч после отбора
5. Вкус, запах при 60° С, цветность, мутность	500	»	Стеклянная	То же
6. Полиакриламид	500	»	То же	Не хранят. Определение проводят в день отбора
7. Общая жесткость	250	»	Стеклянная или полиэтиленовая	Хранят в холодильнике не более 72 ч с момента отбора
8. Сухой остаток	300	»	То же	То же
9. Хлориды	250	»	»	»

Определяемый ингредиент	Объем пробы, мл	Количество консерванта на 1 л пробы	Посуда	Сроки и условия хранения проб
10. Сульфаты	500	Не консервируют	Стеклянная или полиэтиленовая	Хранят в холодильнике не более 72 ч с момента отбора
11. Фтор	400	То же	Полиэтиленовая	То же
12. Полифосфаты	500	2—4 мл хлороформа	Стеклянная или полиэтиленовая	Хранят в холодильнике, определение проводят не позднее чем через 24 ч после отбора
13. Нитраты	200	2—4 мл хлороформа	То же	Хранят в холодильнике не более 72 ч
14. Железо	200	3 мл концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см ³) или эквивалентное количество разбавленной	»	Допускается хранение при комнатной температуре не более 72 ч. Рекомендуется определять сразу после определения неустойчивых компонентов
15. Алюминий	100	То же	»	Допускается хранение при комнатной температуре не более 72 ч
16. Медь	250	»	»	То же
17. Цинк	300	»	»	»
18. Мышьяк	300	»	»	»
19. Бериллий	2000	3 мл концентрированной азотной кислоты (плотность 1,41 г/см ³) или эквивалентное количество разбавленной	»	»

Продолжение табл.

Определяемый ингредиент	Объем пробы, мл	Количество консерванта на 1 л пробы	Посуда	Сроки и условия хранения пробы
20. Марганец	1000	3 мл концентрированной азотной кислоты (плотность 1,41 г/см ³) или эквивалентное количество разбавленной	Стеклоянная или полиэтиленовая	Допускается хранение при комнатной температуре не более 72 ч
21. Молибден	200	То же	То же	То же
22. Радий-226	1000	»	»	»
23. Свинец	1000	»	»	»
24. Селен	500	»	»	»
25. Стронций-90	10000	»	»	»
26. Серебро	500	»	»	»
27. Уран	500	»	»	»
28. Стронций	100	10 мл 10% азотной кислоты	»	»

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 2874—82	Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством	3
ГОСТ 17.1.3.03—77	Охрана природы. Гидросфера. Правила выбора и оценка качества источников централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения	9
ГОСТ 4151—72	Вода питьевая. Метод определения общей жесткости	21
ГОСТ 18165—81	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации алюминия	25
ГОСТ 18294—81	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации бериллия	30
ГОСТ 4974—72	Вода питьевая. Методы определения содержания марганца	37
ГОСТ 4388—72	Вода питьевая. Методы определения содержания меди	43
ГОСТ 4152—81	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации мышьяка	49
ГОСТ 18826—73	Вода питьевая. Методы определения содержания нитратов	54
ГОСТ 4011—72	Вода питьевая. Методы определения общего железа	60
ГОСТ 18190—72	Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного активного хлора	68
ГОСТ 18301—72	Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона	75
ГОСТ 18309—72	Вода питьевая. Метод определения содержания полифосфатов	78
ГОСТ 18912—73	Вода питьевая. Метод определения содержания радия-226	83
ГОСТ 18913—73	Вода питьевая. Метод определения содержания стронция-90	87
ГОСТ 18293—72	Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра	93
ГОСТ 18164—72	Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка	112
ГОСТ 18921—73	Вода питьевая. Метод определения содержания урана	114
ГОСТ 4386—81	Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фтора	120
ГОСТ 4245—72	Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов	130
ГОСТ 18963—73	Вода питьевая. Методы санитарно-бактериологического анализа	136
ГОСТ 4389—72	Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов	159
ГОСТ 3351—74	Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности	166

ГОСТ 4192—82	Вода питьевая. Методы определения минеральных азотсодержащих веществ	173
ГОСТ 4979—49	Вода хозяйственно-питьевого и промышленного водоснабжения. Методы химического анализа. Отбор, хранение и транспортирование проб	179
ГОСТ 18308—72	Вода питьевая. Метод определения содержания молибдена	182 ✓
ГОСТ 23950—80	Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации стронция	186 ✓
ГОСТ 24902—81	Вода хозяйственно-питьевого назначения. Общие требования к полевым методам анализа	190
ГОСТ 24849—81	Вода питьевая. Полевые методы санитарно-микробиологического анализа	193
ГОСТ 1030—81	Вода хозяйственно-питьевого назначения. Полевые методы анализа	211
ГОСТ 24481—80	Вода питьевая. Отбор проб	233

Редактор *В. Н. Шалаева*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 16.02.84. Подп. в печ. 12.06.84. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага типографская № 3.
Гарнитура литературная. Печать высокая. 15,0 усл. п. л. 15,13 усл. кр.-отт. 15,32 уч.-изд. л.
Тираж 70000 (2-й завод 40001—70000). Зак. 781. Цена 95 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.

Великолукская городская типография управления издательств,
полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
г. Великие Луки, ул. Полиграфистов. 78/12