

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения полиакриламида

ГОСТ
19355—85

Drinking water.

Methods for determination of polyacrylamide

ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.86

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения массовой концентрации полиакриламида: адсорбционно-фотометрический метод для определения в диапазоне 0,5—3 мг/дм³ и седиментационный метод — при массовой концентрации полиакриламида 0,02—0,1 мг/дм³. Для определения полиакриламида в диапазоне 0,1—0,5 мг/дм³ используется седиментационный метод с предварительным разбавлением пробы.

1. АДсорбционно-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1.1. Сущность метода

Метод основан на щелочном гидролизе полиакриламида, адсорбции образующейся полиакриловой кислоты карбонатом кальция с последующим комплексобразованием полиакриловой кислоты с красителем метиленовым голубым, элюировании сорбированного количества красителя водой и измерении оптической плотности водного раствора при $\lambda = 630\text{—}670$ нм. Предел обнаружения полиакриламида 0,2 мг/дм³. Диапазон измерения массовой концентрации полиакриламида 0,5—3 мг/дм³. Погрешность определения для всего диапазона $\pm 25\%$ для принятой вероятности $P = 0,95$.

Мешающее влияние катионов кальция, магния и тяжелых металлов устраняют добавлением трилона Б (комплексона III).

1.2. Отбор проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481*. Объем пробы должен быть не менее 100 см³. Пробы не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

1.3. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы аналитические лабораторные по ГОСТ 24104**, класс точности 1, 2.

Фотоэлектроколориметр любой модели ($\lambda = 630\text{—}670$ нм).

Кюветы с толщиной слоя 20 мм.

Электромешалка с частотой вращения 400—800 об/мин.

Мешалка магнитная любой модели.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000 (здесь и далее).

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

Центрифуга с частотой вращения 2000—3000 об/мин.

Баня водяная любой модели.

Колонка стеклянная с краном и впаянным стеклянным пористым фильтром № 1; высота колонки 200 мм, диаметр 13 мм (см. чертеж); изготовляется в стеклодувной мастерской.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100; 50 и 1000 см³.

Пипетки мерные по ГОСТ 29227, вместимостью 5 и 2 см³.

Пипетки без делений по ГОСТ 29169, вместимостью 50, 25, 20 и 10 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336, вместимостью 200 и 400 см³.

Воронки делительные по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см³.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336.

Пробирки центрифужные вместимостью 15—20 см³.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 25336.

Фильтры мембранные с размером пор 3—5 мкм, № 6 (предварительные) или фильтры бумажные «синяя лента».

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч. д. а.

Соль динатриевая этилендиамин-*N, N, N', N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Полиакриламид, гель.

Метиленовый голубой, индикатор, ч. д. а.

2,6-динитрофенол или тропеолин 00.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

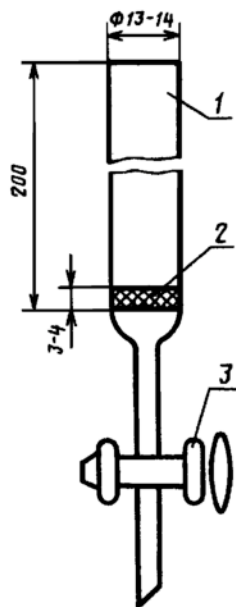
1.4. Подготовка к анализу

1.4.1. Приготовление раствора трилона Б, 0,1 моль/дм³

Растворяют 37,22 г трилона Б в дистиллированной воде и разбавляют раствор в мерной колбе до 1000 см³.

1.4.2. Приготовление основного стандартного раствора полиакриламида, 0,25 %-ного

Раствор готовят из твердого полиакриламида, полученного высаливанием геля с помощью этилового спирта. Для этого сначала готовят приблизительно



1 — колонка стеклянная; 2 — пластинка стеклянная пористая; 3 — кран

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

0,5 %-ный раствор полиакриламида (в пересчете на 100 %-ное вещество) растворением навески геля (8 г) в дистиллированной воде (90 см³) в стакане вместимостью 400 см³ при использовании электромешалки. 50 см³ полученного раствора помещают в стакан вместимостью 200 см³ и медленно, по каплям, используя делительную воронку, прибавляют 70—80 см³ этилового спирта при непрерывном размешивании на магнитной мешалке. Выделившиеся хлопья полиакриламида декантацией отделяют от водно-спиртового раствора и затем сразу же растворяют с помощью магнитной мешалки в 50—60 см³ дистиллированной воды до образования однородного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, ополаскивают стакан и доводят до метки дистиллированной водой. Полученный 0,25 %-ный раствор содержит приблизительно 2,5 мг полиакриламида в 1 см³. Раствор можно хранить в холодильнике при $T = 5-7\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 мес.

Для установления точной концентрации раствора полиакриламида отбирают 10,0 см³ этого раствора в предварительно взвешенную и доведенную до постоянной массы бюксу, выпаривают раствор на водяной бане, высушивают остаток в течение 1 ч в сушильном шкафу при $T = 105\text{ }^{\circ}\text{C}$, закрывают бюксу крышкой, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

1.4.3. Приготовление рабочего стандартного раствора полиакриламида массовой концентрации 50 мг/дм³

Раствор № 1. 2,0 см³ основного стандартного раствора полиакриламида медленно вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 1 см³ этого раствора содержит 0,05 мг полиакриламида. Рабочий раствор можно хранить при $T = 5-7\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 6—7 дней.

1.4.4. Приготовление основного раствора метиленового голубого, $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³

Предварительно краситель метиленовый голубой трижды перекристаллизовывают из этилового спирта. Для этого 2—5 г красителя растворяют в 50—100 см³ этилового спирта при нагревании на водяной бане ($T = 60-70\text{ }^{\circ}\text{C}$). Выделившиеся после охлаждения кристаллы метиленового голубого отделяют на воронке Бюхнера с помощью водоструйного насоса и затем снова растворяют в новой порции подогретого этилового спирта. Эту операцию повторяют три раза. Перекристаллизованный метиленовый голубой сушат сначала на воздухе, затем в эксикаторе в течение 2—3 ч.

Для приготовления $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ раствора 320 г метиленового голубого растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 1000 см³.

1.4.5. Приготовление рабочего раствора метиленового голубого, $1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³

Основной раствор разбавляют в 10 раз дистиллированной водой. Раствор должен быть свежеприготовленным.

1.4.6. Раствор гидроксида натрия, 10 %-ный, готовят растворением 10 г NaOH в 90 см³ дистиллированной воды.

1.4.7. Раствор серной кислоты, 0,5 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 500 см³ дистиллированной воды, осторожно приливают 28 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают и после охлаждения доводят раствор до метки дистиллированной водой.

1.4.8. Раствор азотной кислоты (1:1) готовят разбавлением одной части концентрированной кислоты одной частью дистиллированной воды.

1.4.9. Раствор индикатора 2,6-динитрофенола или тропеолина 00, 0,1 %-ный 0,1 г 2,6-динитрофенола или тропеолина 00 растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

1.4.10. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят последовательно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ рабочего стандартного раствора полиакриламида, доливают до метки питьевой водой, не содержащей полиакриламида, или речной водой, отобранной на водоочистных сооружениях до введения полиакриламида и отфильтрованной от взвешенных веществ через бумажный или мембранный фильтр, и тщательно перемешивают. Содержание полиакриламида в приготовленных растворах составляет соответственно 25, 50, 75, 100, 125 и 150 мкг (или 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 мг/дм³). Эти растворы последовательно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³ и далее поступают так, как описано в п. 1.5. Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание полиакриламида 5—30 мкг, а по оси ординат — оптическую плотность. Оптическая плотность представляет собой среднее значение из трех повторно найденных значений для каждой точки градуировочного графика, расхождение между которыми не превышает 10 %.

При работе с новой партией полиакриламида необходимо градуировочный график построить заново.

1.5. Проведение анализа

50 см³ пробы отбирают в мерную колбу вместимостью 50 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 3,5 см³ раствора трилона Б, 1 см³ 10 %-ного раствора гидроксида натрия, перемешивают и нагревают в кипящей водяной бане в течение 30 мин. Охлаждают раствор, прибавляют 2 капли раствора индикатора — 2,6-динитрофенола или тропеолина 00, нейтрализуют 0,5 моль/дм³ раствором серной кислоты до исчезновения желтой окраски 2,6-динитрофенола или соответственно до появления слегка розовой окраски тропеолина 00 (расходится 1,6—1,75 см³ H₂SO₄), приливают еще 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. рН полученного раствора колеблется в пределах 2—2,2.

Далее проводят сорбцию образовавшейся в результате гидролиза полиакриловой кислоты на углекислом кальции. Для получения равномерного слоя углекислого кальция в колонку (см. чертеж) сначала наливают дистиллированную воду, сливают ее приблизительно до $\frac{1}{5}$ высоты колонки, закрывают кран и всыпают 1 г порошка углекислого кальция. Открывают кран и одновременно струей воды из промывалки смывают порошок со стенок так, чтобы углекислый кальций равномерно осел на дно колонки. Затем осторожно по стенке выливают в колонку 20,0 см³ гидролизованного раствора и проводят легкое отсасывание раствора с помощью водоструйного насоса в течение 1,5 мин. Колонку обмывают три раза небольшими порциями дистиллированной воды, после чего, не закрывая крана, пропускают через колонку при том же легком отсасывании 5,0 см³ рабочего раствора метиленового голубого, не нарушая при этом слой сорбента. Остаток метиленового голубого отсасывают возможно полнее, когда жидкость под стеклянным пористым фильтром перестанет пениться. Все пропущенные через колонку жидкости отбрасывают.

Далее проводят десорбцию метиленового голубого. Для этого в колонку