

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой
концентрации мышьяка

ГОСТ
4152—89

Drinking water. Method for determination
of arsenic mass concentration

ОКСТУ 9109

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР

РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрический метод определения массовой концентрации мышьяка.

Метод определения массовой концентрации мышьяка основан на восстановлении с помощью водорода в момент его выделения всех присутствующих в воде форм мышьяка до летучего мышьяковистого водорода (арсина) и взаимодействии арсина с раствором йода с образованием арсенат-иона, который определяют фотометрически в виде мышьяково-молибденовой сини при длине волны 840 или 750 нм.

Предел обнаружения мышьяка с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет 0,005 мг/дм³ при объеме пробы 100 см³. Диапазон измеряемых концентраций 0,01—0,1 мг/дм³.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы отбирают по ГОСТ 24481*.
- 1.2. Объем пробы воды для двух параллельных определений должен быть не менее 300 см³.

1.3. Пробу воды, если она не может быть проанализирована сразу, консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты (из расчета 3 см³ на 1000 см³) и определение проводят не позднее чем через трое суток.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

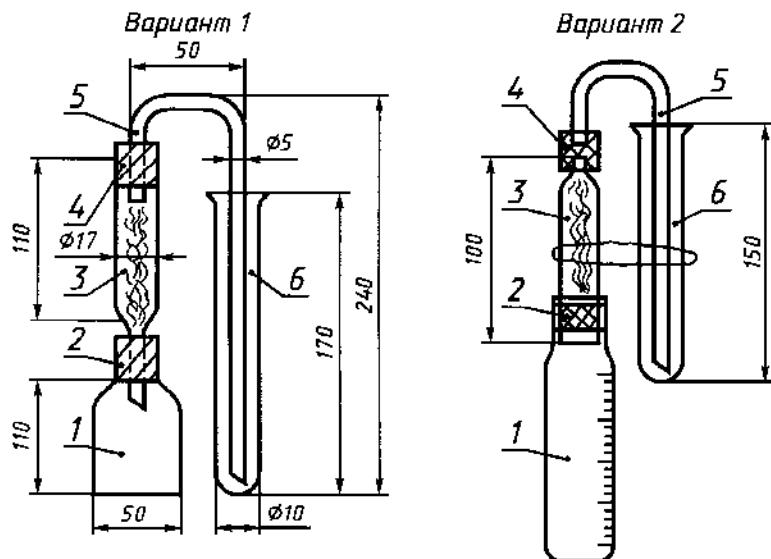
Фотоколориметр или спектрофотометр любых моделей, обеспечивающие измерение при 840 нм (оптимальная длина волны) или 750 нм (допустимая длина волны).

Прибор стеклянный для отгонки и поглощения мышьяка в двух вариантах (черт. 1 и 2).

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



С. 2 ГОСТ 4152—89



Черт. 1

Черт. 2

Вариант 1. Прибор состоит из реакционного сосуда 1 вместимостью 140—150 см³, в который помещают анализируемую пробу воды. В сосуд с помощью резиновой пробки 2 вставляют трубку 3, которую неплотно заполняют ватой, пропитанной уксуснокислым свинцом для устранения мешающего действия сероводорода, также реагирующего с раствором йода. Трубку 3 соединяют с пробиркой 6 вместимостью 10—12 см³ с помощью резиновой пробки 4 и стеклянной трубочки 5. В пробирку 6 наливают раствор йода для поглощения и окисления арсина.

Вариант 2. В качестве реакционного сосуда используют молочные бутылочки 1 с узким горлом (№ 16). В бутылочку вставляют трубку 3 с надетым на нее мягким резиновым шлангом 2 длиной 2—3 см, которая представляет собой верхнюю или нижнюю часть пипетки вместимостью 10 см³ с делениями. К верхнему концу трубки 3 присоединяют с помощью резинового шланга короткий конец (1—2 см) трубочки 5, изогнутой буквой «П». Длинный конец трубочки 5 с оттянутым кончиком опускают почти до дна в пробирку 6 с раствором йода.

Собранный целиком прибор при проведении анализа проверяют на герметичность в местах соединения его частей резиновыми пробками 2 и 4 или резиновыми шлангами, смачивая их мыльной пеной. После этого помечают все детали и в дальнейшем собирают прибор, используя только эти подогнанные детали.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104*, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 20 и 200 г.

Пробирки с пришлифованной пробкой П4—10—14/23 по ГОСТ 25336.

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

Колбы мерные 1—100—2, 1—500—2, 1—1000—2, 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные 4—2—1, 4—2—5, 4—2—10, 5—2—1, 5—2—5, 5—2—10, 6—2—1, 6—2—5, 6—2—10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные 1—25, 1—100, 3—25, 3—100 по ГОСТ 1770.

Пробки резиновые № 16 и 19 по ТУ 38.1051835.

Ступка фарфоровая, диаметром 75 мм, по ГОСТ 9147.

Стаканы В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Натрий мышьяковокислый двузамещенный по ТУ 6—09—2381.

Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973.

Йод по ГОСТ 4159 или фиксанал раствора йода.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (плотность 1,19 г/см³).

Кислота серная по ГОСТ 4204 (плотность 1,84 г/см³).

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота аскорбиновая по ТУ 64—5—96.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Олово хлористое, 2-водное по ТУ 6—09—5384.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, тригидрат.

Цинк гранулированный (без мышьяка) по нормативно-техническому документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Все реактивы должны быть квалификации не ниже ч.д.а.

Допускается использование импортной посуды и приборов с метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не ниже указанных в стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление градуировочных растворов мышьяка

3.1.1. Приготовление основного градуированного раствора мышьяка массовой концентрации 100 мкг/см³

0,4160 г двузамещенного мышьяковокислого натрия растворяют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят раствор до метки.

Основной градуировочный раствор мышьяка можно готовить из мышьяковистого ангидрида по ГОСТ 4212.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде, срок хранения — до одного года.

3.1.2. Приготовление рабочего градуированного раствора мышьяка массовой концентрации 10 мкг/см³

10 см³ основного градуированного раствора мышьяка помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Раствор готовят в день построения градуировочного графика.

3.2. Приготовление растворов йода

3.2.1. Приготовление основного раствора йода молярной концентрации 0,05 моль/дм³

Основной раствор йода готовят из фиксанала (по инструкции, прилагаемой к стандарт-титру) или путем растворения йода. 12,7 г йода растирают в ступке

С. 4 ГОСТ 4152—89

с 20 г йодистого калия и 15 см³ дистиллированной воды до пастообразного состояния, затем пасту количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляя дистиллированную воду до полного растворения пасты, и доводят раствор до метки. Основной раствор йода устойчив в течение 3 мес.

3.2.2. Приготовление рабочего раствора йода молярной концентрации 0,0005 моль/дм³

10 см³ основного раствора йода помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Раствор используют в качестве поглотительного раствора и готовят непосредственно перед работой.

3.3. Приготовление раствора йодистого калия

15,0 г йодистого калия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения раствора в темной склянке — 1 мес.

3.4. Приготовление раствора хлористого олова

40,0 г хлористого олова, 2-водного растворяют при нагревании в 100 см³ концентрированной соляной кислоты. Срок хранения раствора — до одного года.

3.5. Приготовление раствора уксуснокислого свинца для устранения мешающего действия сероводорода

1,2 г уксуснокислого свинца, тригидрата растворяют в 20 см³ дистиллированной воды, содержащей 2,5 см³ концентрированной уксусной кислоты, для предотвращения образования суспензии. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 100 см³. Этим раствором пропитывают вату, которую затем высушивают на воздухе и хранят в плотно закрытой банке. Срок хранения подготовленной ваты — до 6 мес.

3.6. Приготовление раствора молибденовокислого аммония

4,7 г молибденовокислого аммония, тетрагидрата помещают в мерную колбу на 500 см³, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, добавляют 53 см³ концентрированной серной кислоты, раствор перемешивают, охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Устойчив в течение года.

3.7. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты

0,13 г аскорбиновой кислоты растворяют в 8 см³ дистиллированной воды. Этот раствор сразу же используют для приготовления смешанного реактива.

3.8. Приготовление смешанного реактива

17 см³ раствора молибденовокислого аммония смешивают с 8 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Смесь перемешивают. Реактив можно хранить 2 сут в холодильнике.

3.9. Построение градуировочного графика

3.9.1. В пробирки с пришлифованными пробками вместимостью 10 см³ помещают 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 см³ рабочего градуировочного раствора мышьяка (это соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг мышьяка или в расчете на 100 см³ анализируемой пробы 0,0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100 мг/дм³ мышьяка), приливают соответственно 2,0; 1,9; 1,8; 1,6; 1,4; 1,2; 1,0 см³ дистиллированной воды и по 6,0 см³ рабочего градуировочного раствора йода и через 1—2 мин прибавляют по 2,0 см³ смешанного реактива. Содержимое пробирок тщательно перемешивают и опускают пробирки в кипящую