



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ СТРОНЦИЯ

ГОСТ 23950-88

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения массовой концентрации стронция

Drinking water. Method for determination of strontium mass
concentration

ГОСТ
23950-88

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

Эмиссионный пламенно-фотометрический метод основан на измерении абсолютной интенсивности излучения наиболее чувствительной резонансной линии стронция 460,7 нм при возбуждении его в пропано-воздушном или ацетилено-воздушном пламени. Влияние мешающих компонентов устраняют добавлением в пробу хлористых солей лантана или кальция. Предел обнаружения стронция с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет



0,5 мг/дм³. Диапазон измерений 0,5 - 10 мг/дм³ (при содержании массовой концентрации стронция свыше 10 мг/дм³ пробу разбавляют дистиллированной водой).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб - по ГОСТ 24481-80. Объем пробы для определения стронция должен быть не менее 100 см³.

1.2. Пробы воды консервируют путем добавления 1 см³ азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, приготовленной по ГОСТ 4517-87, в 100 см³ пробы.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 см³, класс точности 2.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292-74 вместимостью 0,5; 1; 5; 10; 25; 50; 1000 см³, класс точности 2.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ 24104-80, класс точности 2.

Азотная кислота по ГОСТ 4461-77.

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

Лантан хлористый шестиводный (LaCl₂ · 6H₂O), ч. д. а.

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

Редуктор типа РДВ-5.

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

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

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

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

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

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

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

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

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

3.3. Приготовление стандартных растворов стронция

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



Стандартный раствор массовой концентрации $0,10 \text{ г/дм}^3$ стронция готовят разбавлением в 10 раз основного стандартного раствора дистиллированной водой, в которую добавлена азотная кислота из расчета 10 см^3 кислоты, разбавленной 1:5, на 1000 см^3 дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. К 100 см^3 отобранной для анализа пробы приливают 2 см^3 раствора хлористого кальция или 1 см^3 раствора хлористого лантана, приготовленных, как указано в пп. 4.2 и 4.3, 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 $0,1 - 0,15 \text{ МПа}$ при постоянном контроле стабильности его подачи по манометру. Стабильность подачи горючего газа обеспечивается редуктором, установленным непосредственно на баллоне. Количество подаваемого в горелку горючего газа контролируют по величине и устойчивости синего конуса пламени.

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

4.2. Для построения градуировочного графика готовят шкалу рабочих стандартных растворов. Для этого в мерные колбы вместимостью 1000 см^3 отбирают 5; 10; 25; 50; 1000 см^3 стандартного раствора, содержащего $0,10 \text{ г/дм}^3$ стронция, добавляют по 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и доводят дистиллированной водой до метки. Массовая концентрация стронция в рабочих стандартных растворах соответственно составляет 0,50; 1,00; 2,50; 5,00; $10,0 \text{ мг/дм}^3$. В 100 см^3 каждого стандартного раствора и анализируемой пробы добавляют по 2 см^3 раствора хлористого кальция или по 1 см^3 раствора хлористого лантана.

(Поправка, ИУС № 4 1989 г.)

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. По стандартным растворам строят градуировочный график зависимости абсолютной интенсивности излучения стронция от его массовой концентрации в растворе. Для этого по оси абсцисс откладывают значение массовой концентрации стронция в стандартном растворе (0,50; 1,00; 2,50; 5,00; $10,0 \text{ мг/дм}^3$), а по оси ординат - соответствующие значения абсолютной интенсивности в делениях диаграммной ленты. График строят в линейном масштабе.

Измерив абсолютную интенсивность излучения стронция в пробе, определяют по графику его массовую концентрацию (мг/дм^3) в анализируемой пробе.

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



Таблица 1

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

5.3. Систематическая составляющая погрешность измерений должна быть не более $\frac{1}{3}$ значения предела допускаемого значения среднего квадратического отклонения результатов измерений.

5.4. Точность измерений контролируют путем анализа зашифрованных (в том числе стандартных) проб, включаемых в каждую партию. Контрольные пробы должны составлять не менее 30 % при количестве анализируемых рядовых проб более 15 и 100 % при меньшем количестве проб в партии. Стопроцентный контроль проводят также при решении вопроса оценки качества воды с целью возможности ее применения для питьевого водоснабжения при массовой концентрации стронция от 6 до 8 мг/дм³ (при ПДК 7 мг/дм³).

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

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

где C_1 - результат основного измерения;

C_2 - результат контрольного измерения.

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

Таблица 2

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

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

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

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

при числе параллельных определений, не менее 5,

(Поправка, ИУС № 4 1989 г.)

где \bar{C} - среднее значение измерений;

C_0 - аттестованное значение содержания стронция.

Систематическая составляющая погрешность должна соответствовать требованиям п. 5.3.



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

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством геологии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В.К. Кирюхин, канд. хим. наук (руководитель темы); **Э.И. Галицына**; **Е.Н. Дубровина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.08.88 № 2932

3. ВЗАМЕН ГОСТ 23950-80

4. **Срок первой проверки - 1993 г.**
Периодичность проверки - 5 лет.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 4461-77	2
ГОСТ 4517-87	1.2
ГОСТ 5429-74	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 24104-80	2
ГОСТ 24481-80	1.2

СОДЕРЖАНИЕ

1. Метод отбора проб
2. Аппаратура, реактивы и материалы
3. Подготовка к испытанию
4. Проведение испытания
5. Обработка результатов