

19413-89

Этот документ скачен с сайта <https://mooml.com/>

"

"

Drinking water. Method for determination of selenium mass concentration

Срок действия - с 1 июля 1990 г.
до 1 июля 1995 г.

Взамен ГОСТ 19413-81

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает флуоресцентный метод определения массовой концентрации селена.

Метод основан на взаимодействии селенит-иона с реактивом 2,3-диаминонафталином (ДАН) в кислой среде с образованием соединения 4,5-бензопиазоселенола, экстрагируемого гексаном.

Это соединение при ультрафиолетовом облучении обладает желто-красной флуоресценцией, интенсивность которой измеряется флуориметром.

Гидрбселенид-ион (H Se^-) и селен из органических соединений переводят в селенит-ион обработкой смесью азотной и хлорной кислот, а присутствующие в воде вместе с селенитами селенаты восстанавливают до селенитов нагреванием с концентрированной соляной кислотой.

Предел обнаружения селена с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет $0,1 \text{ мкг/дм}^3$ при объеме пробы 100 см^3 , диапазон измерений без разбавления пробы составляет $0,1 - 5 \text{ мкг/дм}^3$.

1.

Отбор проб проводится по ГОСТ 24481. Объем пробы воды для двух параллельных определений массовой концентрации селена должен быть не менее 300 см^3 . Пробу воды консервируют добавлением 3 см^3 концентрированной азотной кислоты плотностью $1,40 \text{ г/см}^3$ (в расчете на 1000 см^3 пробы).

2.

Флуориметр любой марки с первичным светофильтром, выделяющим линию спектра 366 нм (светофильтры СЭС-10, УФС-2 и др.) и вторичным светофильтром, обеспечивающим пропускание максимума флуоресценции при длине волны 520 нм (светофильтры ЖС-17 и др.).

Баня песчаная или электроплитка по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Бумага индикаторная универсальная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности, наибольший предел взвешивания 20 и 200 г .

Воронки делительные по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3 .

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 1000 см^3 2-го класса точности.

Пипетки мерные с делениями по ГОСТ 20292 вместимостью 2 и 10 см^3 2-го класса точности, исполнение 1, 2, 8.

Стаканы лабораторные термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью $100 - 150 \text{ см}^3$.

Стекла часовые.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 10 и 25 см³.

Фильтры беззольные "белая лента".

Карандаш восковой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 (плотность 1,40 г/см³), ч.д.а.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204 (плотность 1,83 г/см³), ч.д.а.

Кислота хлорная по ТУ-6-09-2878, х.ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

Гексан по ТУ-6-09-3375, ч.

2,3-диаминонафталин.

Селен металлический по ТУ 6-09-5358-87, ч.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.

3.1. Приготовление раствора трилона Б с массовой долей 2%: 2 г трилона Б растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и фильтруют через фильтр "белая лента".

3.2 Приготовление раствора аммиака с массовой долей 10%: 400 см³ водного аммиака (с массовой долей 25%) разбавляют водой до 1000 см³.

3.3 Приготовление соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³.

Готовят из фиксаля или из концентрированной соляной кислоты (8,3 см³ концентрированной соляной кислоты разбавляют до 1000 см³ дистиллированной водой).

3.4. Приготовление 2,3-диаминонафталина с массовой долей 0,1%.

0,100 г 2,3-диаминонафталина растворяют в 100 см³ соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³. Раствор подвергают очистке. Для этого 100 см³ раствора переносят в делительную воронку, приливают 15 см³ гексана и экстрагируют примеси в течение 1 - 2 мин. После расслаивания жидкостей гексан отделяют, а солянокислый раствор 2,3-диаминонафталина фильтруют через фильтр "белая лента". Раствор можно использовать в течение двух - трех дней и хранить в холодильнике в склянке из темного стекла.

3.5. Приготовление градуировочных растворов селена.

Навеску 0,100 г металлического селена, растертого в порошок, помещают в небольшой стаканчик, приливают 10 см³ концентрированной азотной кислоты, накрывают стаканчик часовым стеклом и нагревают на водяной бане до растворения. Затем смывают стекло и стенки стаканчика дистиллированной водой, раствор упаривают на водяной бане до влажных солей. Полученную селенистую кислоту растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 10 см³ концентрированной соляной кислоты и раствор доводят до метки водой. Получают основной градуировочный раствор с массовой концентрацией селена 100 мкг/дм³. Раствор хранится в склянке с шлифованной пробкой. Срок хранения до года.

Для построения градуировочного графика готовят рабочий градуировочный раствор с массовой концентрацией селена 0,10 мкг/см³. С этой целью основной градуировочный раствор разбавляют в 1000 раз путем трехкратного ступенчатого разбавления каждый раз в 10 раз раствором соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³. Рабочий градуировочный раствор готовят в день проведения анализа.

4.

В стакан из термостойкого стекла вместимостью 100 - 150 см³ отбирают 10 - 100 см³ анализируемой воды, в зависимости от содержания селена прибавляют 2 - 3 см³ концентрированной азотной кислоты, 3 см³ хлорной кислоты и выпаривают до начала выделения слабых белых паров хлорной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают дистиллированной водой и вновь нагревают до слабых паров хлорной кислоты. Обработку пробы дистиллированной водой проводят для полного удаления азотной кислоты. К раствору приливают 1 см³ концентрированной соляной кислоты и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. Затем приливают 20 см³ дистиллированной воды, смывая ею стенки стакана.

Раствор охлаждают и устанавливают величину pH~1 по индикаторной универсальной бумаге, прибавляя по каплям раствор аммиака с массовой долей 10%.

К подготовленной пробе приливают 2,0 см³ раствора трилона Б с массовой долей 2%, оставляют раствор на 5 мин, затем добавляют 2,0 см³ свежеприготовленного раствора 2,3-диаминонафталина с массовой долей 0,1%. Раствор перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 5 мин. После охлаждения раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 5 или 10 см³ гексана (в зависимости от размера кювет прибора, измеряющего флуоресценцию). Комплекс селена экстрагируют в течение 1 мин и дают отстояться до разделения фаз. Водную фазу отбрасывают, а органическую фазу фильтруют через сухой фильтр "белая лента" диаметром 5 - 7 см в пробирку с притертой пробкой, в которой и хранят до перенесения в кюветы флуориметра. Флуориметрирование проводят не позже чем через 1 - 2 ч. Флуоресценция комплекса селена устойчива при хранении в холодильнике. Измерение флуоресценции возможно проводить на следующий день.

5.

5.1. Для построения градуировочного графика в ряд стаканов вместимостью 100 - 150 см³ отбирают 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ рабочего градуировочного раствора, что соответствует 0,00; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 мкг селена. В каждый стакан приливают 10 - 20 см³ дистиллированной воды, 2 - 3 см³ концентрированной азотной кислоты, 3 см³ хлорной кислоты и далее обрабатывают пробы, как описано в разд. 4. Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание селена в микрограммах, а по оси ординат - показания прибора. График должен иметь прямолинейный характер.

Следует иметь в виду, что "холостые пробы" могут обладать небольшой флуоресценцией, которая обусловлена степенью чистоты реактивов (гексан, трилон Б). Градуировочный график строят в день проведения анализа проб.

5.2. Массовую концентрацию селена (X), мкг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{V} \cdot 1000$$

где m - масса селена в анализируемом объеме воды, найденная по градуировочному графику, мкг;

V - объем воды, используемый для анализа, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 30%.

5.3. Нормы погрешности измерений при соблюдении требований настоящего стандарта соответствуют требованиям ГОСТ 27384.

5.4. Значение систематической составляющей погрешности, измерений должно быть не более 1/3 нормы точности (см. п. 5.3).

5.5. 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 содержании массовой концентрации селена на уровне ПДК = 1 мкг/см³ (ГОСТ 2874).

5.6. Расхождение между основным и контрольным результатами одной пробы (Δ_r) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta_r = \frac{2(c_1 - c_2)}{c_1 + c_2} \cdot 100$$

где c_1 - результат основного измерения;

c_2 - результат контрольного измерения.

Результат считают удовлетворительным, если фактическое значение не превышает норму точности (см. п. 5.3).

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

$$\Delta_s = \frac{c - c_0}{c_0} \cdot 100$$

при числе параллельных определений не менее 15,

где c - среднее значение измерений;

c_0 - аттестованное значение содержания селена.

6.

6.1. Во избежание взрыва попадание органических веществ, древесины и фильтра в раствор в момент выделения паров хлорной кислоты не допускается.

6.2. Все работы проводить в вытяжном шкафу.

6.3. Приборы должны быть заземлены.