

## 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 01.01.82до 01.01.87

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эмиссионный пламенно-фотометрический метод определения массовой концентрации стронция ( $\text{Sr}^{2+}$ ).

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  $\geq 3$  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 не 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%.