

**ВОДА ПИТЬЕВАЯ****Метод определения содержания полифосфатов**Drinking water.  
Method for determination  
of Polyphosphate content**ГОСТ  
18309—72**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 декабря 1972 г. № 2356 срок действия установлен

с 01.01.74

до 01.01.79

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает колориметрический метод определения полифосфатов.

Метод основан на гидролизе полифосфатов в кислой среде, при котором они переходят в растворенные ортофосфаты, определяемые колориметрическим методом в виде фосфорномolibденового комплекса, окрашенного в синий цвет. В отдельной пробе определяют ортофосфаты, первоначально бывшие в воде, содержание которых вычитают из результата, полученного при определении полифосфатов. Чувствительность метода составляет — 0,01 мг/л.

**1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ**

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—73 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания полифосфатов должен быть не менее 500 мл.

1.3. Пробы воды отбирают в хорошо выщелоченные склянки с притертыми пробками.

1.4. Если анализ в день отбора пробы не произведен, воду консервируют добавлением 2—4 мл хлороформа на 1 л воды.

**2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**

Фотоэлектроколориметр, кюветы с толщиной рабочего слоя 2—3 см.

Термостат с регулятором температуры.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Переиздание. Февраль 1976 г.*

Плитка электрическая.

Фильтр бумажный (синяя лента).

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 50, 100 и 1000 мл, пипетки мерные 1—2 мл с делениями 0,01 мл, 5—10 мл с делением 0,1 мл; пипетки мерные 5, 10, 20, 50 и 100 мл без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—72.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—72.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Кислота серная по ГОСТ 4204—66.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—68.

Кислота сульфаминовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вся посуда должна быть обработана горячей соляной кислотой и тщательно промыта дистиллированной водой.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. *Приготовление основного стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.*

0,7165 г  $\text{KN}_2\text{PO}_4$ , х. ч., предварительно высушенного в термостате в течение 2 ч при  $105^\circ\text{C}$ , растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 мл дистиллированной водой и доводят объем раствора до метки, добавляют 2 мл хлороформа. 1 мл раствора содержит 0,5 мг  $\text{PO}_4^{3-}$ .

3.2. *Приготовление I рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.*

10 мл основного раствора доводят до 1 л дистиллированной водой, 1 мл раствора содержит 0,005 мг  $\text{PO}_4^{3-}$ .

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.3. *Приготовление II рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.*

50 мл I рабочего раствора доводят до 250 мл дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,001 мг  $\text{PO}_4^{3-}$ .

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.4. *Приготовление молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор)*

25 г  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  растворяют в 600 мл дистиллированной воды. К этому раствору осторожно, охлаждая, добавляют 337 мл концентрированной 98%-ной серной кислоты. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 л. Раствор хранят в бутылки из темного стекла с притертой пробкой. Пользоваться реактивом можно через 48 ч после приготовления.

*3.5. Приготовление молибденовокислого аммония (реактив II, слабокислый раствор)*

10 г  $(\text{NH}_4)_6 \cdot \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  растворяют в 400 мл дистиллированной воды и добавляют 7 мл концентрированной 98 %-ной серной кислоты. Раствор хранят в полиэтиленовой бутылке в темном месте. Устойчив около 3 месяцев. Пользоваться реактивом можно через 48 ч после приготовления.

*3.6. Приготовление 37 %-ного раствора серной кислоты*

337 мл концентрированной 98 %-ной серной кислоты осторожно смешивают, приливая небольшими порциями к 600 мл дистиллированной воды. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 л.

*3.7. Приготовление основного раствора двухлористого олова*

1,95 г кристаллического невыветренного  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  растворяют в 50 мл 13,6 %-ной соляной кислоты (18,4 мл 37 %-ной  $\text{HCl}$ , не содержащей мышьяка, доводят до 50 мл дистиллированной водой). Суспензию тщательно перемешивают, хранят в склянке, покрытой внутри слоем парафина. Перед употреблением суспензию хорошо перемешивают. Суспензия может быть применена непосредственно после приготовления.

*3.8. Приготовление рабочего раствора двухлористого олова*

2,5 мл основного раствора (суспензия) доводят дистиллированной водой до 10 мл.

Необходимо применять свежеприготовленный раствор. Раствор устойчив около 4 ч.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению мешают железо при концентрации, превышающей 1 мг/л, растворимые силикаты более 25 мг/л, нитриты. Влияние железа и силикатов устраняется соответствующим разбавлением исследуемой воды. Влияние нитритов при концентрации до 25 мг/л устраняется добавлением к пробе 0,1 г сульфаминовой кислоты  $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{OH}$ , которая вносится до добавления к пробе молибденовокислого аммония.

*4.2. Определение ортофосфатов*

К 50 мл исследуемой воды (без разбавления можно определить не более 0,4 мг/л  $\text{PO}_4^{3-}$ ), профильтрованной через плотный бумажный фильтр (синяя лента), вносят те же реактивы и в той же последовательности, что и в образцовые растворы. Оптическая плотность раствора определяется электрофотокolorиметром. Концентрация ортофосфатов устанавливается по калибровочному графику.

*4.3. Определение полифосфатов*

К 100 мл исследуемой воды, профильтрованной через плотный бумажный фильтр, или к меньшему объему, доведенному до

100 мл дистиллированной водой, добавляют 2 мл 37%-ного раствора серной кислоты и кипятят 30 мин. Объем исследуемой воды поддерживают добавлением дистиллированной воды в пределах 50—90 мл. После охлаждения раствора переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем дистиллированной водой до метки. Добавляют 1 мл слабокислого раствора молибденовокислого раствора (реактив II), перемешивают и через 5 мин приливают 0,1 мл рабочего раствора двухлористого олова, затем снова перемешивают. Через 10—15 мин измеряют интенсивность окраски электрофотоколориметром.

#### 4.4. Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят пипеткой 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора фосфорнокислого калия (1 мл — 0,001 мг  $\text{PO}_4^{3-}$ ) и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Содержание полифосфатов в образцовых растворах будет соответственно равно: 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 мг  $\text{PO}_4^{3-}$  в 1 л воды. В каждую колбу добавляют точно 1 мл молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор), перемешивают и через 5 мин микропипеткой вносят 0,1 мл рабочего раствора двухлористого олова и перемешивают. Интенсивность окраски измеряют через 10—15 мин фотоэлектроколориметром, пользуясь красным светофильтром ( $\lambda = 690\text{—}720$  нм) и кюветами с толщиной слоя 2—3 см. Из полученных величин оптических плотностей вычитают оптическую плотность контрольной пробы и результаты наносят на график.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание неорганических растворенных ортофосфатов ( $X$ ), мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}$$

где  $C$  — содержание ортофосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/л;

50 — приведение объема исследуемой воды к 50 мл;

$V$  — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

5.2. Содержание гидролизующихся полифосфатов ( $X_1$ ), мг/л, определяют по формуле

$$X_1 = \frac{C_1 \cdot 100}{V} - X,$$

где  $C_1$  — содержание полифосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/л;

100 — приведение объема исследуемой воды к 100 мл;

$V$  — объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

Допустимое расхождение между повторными определениями полифосфатов — 0,01 мг/л, если содержание их не превышает 0,07 мг/л, при более высоком их содержании — 15% отн.

---

Замена

ГОСТ 1770—74 введен взамен ГОСТ 1770—64.  
ГОСТ 2874—73 введен взамен ГОСТ 2874—54.  
ГОСТ 4198—75 введен взамен ГОСТ 4198—65.  
ГОСТ 10394—72 введен взамен ГОСТ 10394—63.

---