

КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

СВИДЕТЕЛЬСТВО 121-94

О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Методика

выполнения измерения содержания
флокулянтов Праестол в питьевой воде
Разработана МГЭИП

Методика предназначена для измерения массовой кон-
центрации флокулянтов Праестол в питьевой воде.

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерения массовых концентраций, мг/дм ³	Границы относительной погрешности, % (P=0,95)
0,025 - 0,050	± 20
св. 0,050 - 0,20	± 40

Зам. директора



В. П. Кузнецов

МОСКОВСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЗАОЧНЫЙ ИНСТИТУТ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

СОГЛАСОВАНО

Зам. директора ВНИИМС


В. П. Кузнецов



УТВЕРЖДАЮ

Директор МГЗИПИ
по научной работе


Ф. И. Лобанов



МЕТОДИКА

выполнения измерения содержания флокулянтов Праестол
в питьевой воде

МОСКВА 1994

ЭКОЦЕНТР

**Московский государственный заочный институт пищевой
промышленности**

М Е Т О Д И К А

**выполнения измерения содержания флокулянтов
Праестол в питьевой воде**

МОСКВА 1995 г.

**ВХ. № 319
16.02.00**

1. Настоящая методика предназначена для измерения массовой концентрации флокулянтов "Праестол" в питьевой воде в диапазоне 0,025 - 0,2 мг/дм³ методом седиментации.

2. Нормы погрешности измерений.

Диапазон измерений, границы относительной погрешности и допустимые расхождения между параллельными измерениями при вероятности 0,95 приведены в таблице 1

Таблица 1

Диапазон измерения, мг/дм ³	Границы относительной погрешности (P=0,95),%	Допустимые расхождения между параллельными измерениями (см.п.п.10.1)
0,025 - 0,05	± 20	19
0,05 - 0,20	± 40	43

3. Средства измерений, вспомогательные материалы, устройства и реактивы.

- 3.1. Фотоколориметр типа КФК со светофильтром $\lambda = 540$ нм.
 - 3.2. Кюветы с толщиной слоя 3 мм.
 - 3.3. Цилиндры стеклянные с притертыми пробками по ГОСТ 1770-74, 7 штук.
 - 3.4. Колбы мерные: 2-50-2 ГОСТ 1770-74, 2-100-2 ГОСТ 1770-74, 2-200-2 ГОСТ 1770-74, 2-250-2 ГОСТ 1770-74, 2-500-2 ГОСТ 1770-74.
 - 3.5. Пипетки мерные: 4-1-2 ГОСТ 20292-74, 6-5-2 ГОСТ 20292-74.
 - 3.6. Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336-82, вместимостью 5 мл.
 - 3.7. Фильтры мембранные №6 ("предварительные"), диаметр пор 3-5 мкм или бумажные "синяя лента".
 - 3.8. Весы аналитические.
 - 3.9. Прибор для фильтрования с водоструйным насосом.
 - 3.10. стакан лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336-82, вместимостью 400 мл.
 - 3.11. Механическая мешалка с регулируемой скоростью вращения в интервале 100-1000 об/мин.
 - 3.12. Подсветка, создающая рассеянный свет (например, светильник с люминесцентной лампой или дневной свет из окна).
 - 3.13. "Праестол" качества TP (содержание основного продукта 99,95 - 99,975%); марка - в соответствии с применяемой в технологии.
 - 3.14. "Блаутон" HFF-Spezial ca. 27% Al₂O₃ > 95% < 2µm.
 - 3.15. Желатин пищевой.
 - 3.16. Крахмал растворимый для нефелометрии (C₆H₁₀O₅)_n, ГОСТ 10163-62.
 - 3.17. Сульфат алюминия Al₂(SO₄)₃ • 18H₂O, ч. ГОСТ 3758-65.
- Допускается применять другие средства измерений, метрологические и технические характеристики которых аналогичны указанным.

4. Метод измерений.

4.1. Седиментационный метод основан на различии в скорости осаждения взвеси Блаутона, который вносят в воду, содержащую различные количества Праестола. Увеличение количества Праестола в растворе ускоряет седиментацию Блаутона.

На правильность и воспроизводимость результатов дозирования, порядок и способ ввода реагентов. Поэтому приготовление, реагентная обработка и детектирование серии градуировочных растворов Праестола проводят вместе с анализируемой пробой при каждом определении.

Полуколичественное определение проводят путем визуального сравнения скорости осаждения взвеси Блаутона и остаточной мутности осветленного слоя жидкости в анализируемой пробе и серии градуировочных растворов флокулянта.

Для количественного определения массовой концентрации Праестола применяют турбидиметрический метод, основанный на измерении интенсивности светового потока, прошедшего через раствор, содержащий взвешенные частицы. Интенсивность уменьшается вследствие поглощения и рассеяния светового потока твердыми частицами.

В основе Количественного определения Праестола лежит зависимость оптической плотности (остаточной мутности) осветленного слоя жидкости после некоторого времени отстаивания суспензии Блаутона от исходной концентрации Праестола в растворе. Растворы с большими концентрациями Праестола характеризуются меньшими значениями оптической плотности (меньшей остаточной мутностью).

4.2. Определению мешают взвешенные вещества, содержание которых более 10 мг/дм³.

На результаты определения оказывает влияние солевой фон анализируемой пробы.

5. Требования безопасности.

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие правила безопасности:

5.1. Правила техники безопасности при работе с электроприборами: фотоэлектроколлиметром, аналитическими весами, механической мешалкой, изложенные в инструкциях по эксплуатации соответствующих приборов.

5.2. Общие правила техники безопасности при работе в химической лаборатории с химическими реактивами, стеклом и стеклянной посудой.

5.3. Правила техники безопасности при работе с порошкообразным Праестолом:

5.3.1. При контакте с кожей смыть водой с мылом.

5.3.2. При попадании в глаза смыть большим количеством воды, при необходимости обратиться к врачу.

5.3.3. При попадании в желудок в случае недомогания обратиться к врачу.

5.3.4. **ВНИМАНИЕ!** Рассыпанный продукт при контакте с водой или влажной поверхностью создает большую опасность скольжения. Рассыпанный продукт собрать, остатки смыть большим количеством воды.

6. Условия выполнения измерений.

- 6.1. При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия:
- | | |
|--|----------|
| - температура измеряемых растворов, °С | 20 ± 5 |
| - напряжение питания, В | 220 ± 10 |
| - аналитическая длина волны, нм | 540. |

6.2. В процессе проведения анализа необходимо тщательно соблюдать идентичность условий и порядок ввода реагентов и одновременность перемешивания градуировочных растворов и анализируемой пробы.

7. Подготовка к выполнению измерений.

7.1. Отбор пробы.

Пробы воды отбирают в соответствии с ГОСТ 24481-80. Объем пробы должен быть 3 дм³. Пробы воды не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

7.2. Устранение мешающего влияния сопутствующих компонентов.

Солевой фон питьевой воды учитывают, используя для приготовления серии градуировочных растворов фоновую воду, отобранную на водоочистных сооружениях до введения Праестола.

Содержащиеся в воде взвешенные вещества удаляют фильтрованием через мембранный или бумажный фильтр.

7.3. Приготовление вспомогательных растворов.

7.3.1. Приготовление раствора сульфата алюминия с содержанием

9 г/дм³ Al₂(SO₄)₃ • 18H₂O.

Растворяют 0,9 г сульфата алюминия в мерной колбе вместимостью 100 см³.

7.3.2. Приготовление раствора желатина с содержанием желатина

0,25 г/дм³.

Навеску желатина 0,05 г заливают небольшим количеством теплой дистиллированной воды и дают набухнуть в течение нескольких минут. Затем растворяют в ~ 50 см³ дистиллированной воды, подогретой до ~ 60°C, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу на 200 см³ и доводят до метки.

7.3.3. Приготовление раствора крахмала с содержанием крахмала

0,25 г/дм³.

Навеску крахмала 0,05 г диспергируют в небольшом количестве холодной воды и дают набухнуть в течение нескольких минут, затем медленно вливают в кипящую воду при перемешивании, раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу на 200 см³ и доводят до метки.

7.3.4. Приготовление суспензии Блаутона для определения анионных флокулянтов "Праестол".

Навеску Блаутона 50 г диспергируют в 150 см³ дистиллированной воды.

7.3.5. Приготовление суспензии Блаутона для определения катионных флокулянтов "Праестол".

Навеску Блаутона 50 г диспергируют в 150 см³ раствора крахмала (0,25 г/дм³).

Для определений используют свежеприготовленную суспензию.

8. Выполнение измерений.

8.1. Определение анионных флокулянтов "Праестол".

8.1.1. Приготовление градуировочных растворов Праестола.

8.1.1.1. Приготовление исходного раствора Праестола №1 с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Навеску 1,25 г Праестола растворяют в 200 см³ дистиллированной воды. Для этого включают механическую мешалку и устанавливают скорость вращения 500-600 об/мин. Медленно всыпают Праестол в воду, чтобы каждая крупинка в момент падения смачивалась отдельно и уносилась водой. Избегать образования сгустков. После окончания всыпания Праестола снижают число оборотов мешалки до 100-200 об/мин и продолжают перемешивание в течение 60 мин. После 15-минутного выстаивания раствор переносят в мерную колбу на 250 см³, доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Приготовленный раствор хранят в прохладном месте в течение 3-4 недель.

8.1.1.2. Приготовление исходного раствора Праестола №2 с массовой концентрацией 10 мг/дм³.

Исходный раствор Праестола №2 готовят разбавлением 1 см³ исходного раствора Праестола №1 (5 г/дм³) в мерной колбе вместимостью 500 см³. Раствор готовят заново перед каждой серией определений; срок хранения не более суток.

8.1.1.3. Приготовление серии градуировочных растворов.

7 пронумерованных мерных цилиндров вместимостью 250 см³ устанавливают в штативе в порядке возрастания номеров, помещают в каждый соответственно: №1 - 0,0 см³, №2 - 0,5 см³, №3 - 1,0 см³, №4 - 2,0 см³, №5 - 3,0 см³, №6 - 4,0 см³ исходного раствора Праестола №2 (10 мг/дм³), доводят объемы в цилиндрах до 200 см³ фоновой водой, отобранной на водоочистных сооружениях до введения Праестола, закрывают цилиндры притертыми пробками и перемешивают десятикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. Содержание Праестола в стандартной серии: 0,000; 0,025; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200 мг/дм³ соответственно. В цилиндр №7 помещают 200 см³ анализируемой пробы.

8.1.2. Порядок ввода реагентов.

В каждый из 7 цилиндров при помощи мерной пипетки вводят по 8 см³ суспензии Блаутона для определения анионных флокулянтов "Праестол", энергично перемешивая суспензию каждый раз непосредственно перед ее отбором, закрывают цилиндры притертыми пробками и перемешивают десятикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. Затем в каждый цилиндр при помощи мерной пипетки вводят по 1 см³ раствора сульфата алюминия (9 г/дм³), закрывают цилиндры притертыми пробками и перемешивают десятикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. После этого ставят штатив с цилиндрами на стол, включают секундомер и проводят визуальное полуколичественное и турбидиметрическое количественное определение Праестола.

8.1.3. Полуколичественное определение Праестола.

После минутного отстаивания суспензии Блаутона в приготовленной серии растворов проводят визуальное сравнение в проходящем свете (с подсветкой или при дневном свете из окна) скоростей седиментации Блаутона и остаточной мутности в осветленных слоях жидкости. Возрастание концентрации Праестола в исходном растворе характеризуется увеличением скорости седиментации Блаутона и снижением остаточной мутности осветленной жидкости. Оптимальный период времени для визуального наблюдения от 1 до 5 минут после окончания перемешивания.

Для полуколичественного определения визуально сравнивают скорость седиментации и остаточную мутность анализируемой пробы (цилиндр №7) с градуировочными растворами (цилиндры №1 - №6).

Для количественного определения выбирают градуировочный раствор, в котором скорость седиментации и остаточная мутность наиболее близки к аналогичным характеристикам анализируемого раствора.

8.1.4. Количественное турбидиметрическое определение методом компарирования.

Шесть пронумерованных мерных цилиндров вместимостью 250 см^3 устанавливают в штатив в порядке возрастания номеров. В трех из них (№1-№3) готовят градуировочный раствор Праестола, идентифицированный с анализируемой пробой при количественном определении; его концентрация не должна отличаться от концентрации анализируемой пробы более чем на 30%. В цилиндры №1 - №3 помещают соответствующее количество исходного раствора Праестола №2 (10 мг/дм^3), доводят объем в цилиндрах до 200 см^3 фоновой водой, закрывают цилиндры притертыми пробками и перемешивают растворы десятикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. В оставшиеся цилиндры №4 - №6 помещают по 200 см^3 анализируемой пробы.

Затем выполняют операции в соответствии с п.п. 8.1.2.

После 10-минутного отстаивания суспензии из каждого цилиндра при помощи мерной пипетки отбирают по 5 см^3 раствора на глубине $\sim 10 \text{ см}$ от поверхности жидкости, помещают в чистые пробирки и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 мм при зеленом светофильтре ($\lambda = 540 \text{ нм}$) по отношению к дистиллированной воде. Непосредственно перед измерением каждую пробирку тщательно взбалтывают. Получают по 3 параллельных значения оптической плотности градуировочного раствора известной концентрации (цилиндры №1 - №3) и анализируемой пробы (цилиндры №4 - №6), которые используют в дальнейших расчетах.

8.2. Определение катионных флокулянтов "Праестол".

Приготовление серии градуировочных растворов и проведение детектирования аналогичны определению флокулянтов "Праестол" (п.п. 8.1.1., 8.1.2., 8.1.3., 8.1.4.) Отличие состоит в добавляемых реагентах и порядке их введения.

8.2.1. Приготовление серии градуировочных растворов Праестола.

Процедура аналогична описанной в п.п. 8.1.1.

8.2.2. Порядок введения реагентов.

В каждый из 7 цилиндров при помощи мерной пипетки вводят по 8 см^3 суспензии Блаутона для определения катионных флокулянтов "Праестол", закрывают цилиндры притертыми пробками и перемешивают десятикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. Затем в каждый цилиндр вводят по 1 см^3 раствора желатина ($0,25 \text{ г/дм}^3$), закрывают цилиндры притертыми пробками и повторяют процедуру перемешивания. После этого ставят штатив с цилиндрами на стол, включают секундомер и после соответствующего п.п. 8.1.3. и 8.1.4. времени отстаивания суспензии проводят визуальное полуколичественное и турбидиметрическое количественное определение Праестола.

8.2.3. Полуколичественное определение Праестола.

Проводят операции, аналогичные описанным в п.п. 8.1.3.

8.2.4. Количественное турбидиметрическое определение по методу компарирования.

Проводят операции, аналогичные описанным в п.п. 8.1.4.

9. Обработка результатов измерений.

За результат измерения принимают значение концентрации анализируемой пробы $C_{\text{п}}$, рассчитанное по формуле:

$$C_{\text{п}} = \frac{D_{\text{г}} C_{\text{г}}}{D_{\text{п}}},$$

где $C_{\text{г}}$ - концентрация градуировочного раствора Праестола, мг/дм³
 $D_{\text{г}}$ - оптическая плотность градуировочного раствора Праестола, рассчитанная как среднее арифметическое значение результатов трех параллельных измерений;
 $D_{\text{п}}$ - оптическая плотность анализируемой пробы, рассчитанная как среднее арифметическое значение трех параллельных измерений

10. Контроль погрешности измерений.

10.1. Оперативный контроль погрешности измерений.

Оперативный контроль выполняют ежедневно, определяя расхождения между параллельными измерениями массовой концентрации Праестола (C_{min} и C_{max}). Расхождения между параллельными измерениями не должны превышать допускаемого значения (d):

$$\frac{C_{\text{max}} - C_{\text{min}}}{\bar{C}} < d,$$

где $\bar{C} = \frac{C_1 + C_2 + C_3}{3}$

Значения d приведены в п.2.

Если указанное не выполняется, проводят повторные измерения. Если и при повторных измерениях расхождения между параллельными измерениями превышают допускаемые, то необходимо проверить работоспособность фотоколориметра, пригодность используемых реактивов.

10.2. Периодический контроль погрешности измерений.

10.2.1. Периодический контроль выполняют не реже 1 раза в месяц, а также при замене (после ремонта) фотоэлектроколориметра, замене реактивов.

10.2.2. Приготавливают два градуировочных раствора Праестола, отличающиеся по концентрации друг от друга не более чем на 30%. Проводят операции по п.п. 8.1.2. или 8.2.2..Выполняют измерения по п.п. 8.1.4. или п.п. 8.2.4.

10.2.3. Рассчитывают содержание Праестола в растворе №1, используя результаты анализа раствора №2:

$$C_1 = \frac{D_2 C_2}{D_1},$$

где D_1 и D_2 - оптические плотности растворов №1 и №2 соответственно.

10.2.4. Рассчитывают относительное отклонение полученного значения концентрации раствора №1 (C_1) от его значения, рассчитанного по процедуре приготовления ($C_{\text{лат}}$):

$$\delta C_1 = \frac{(C_{\text{лат}} - C_1)}{C_{\text{лат}}},$$

10.2.5. Значение δ_{C_1} не должно превышать значения погрешности определения массовой концентрации Праестола, указанной в

п. 2. Если упомянутые условия не выполняются, то необходимо повторить операции, указанные в п.п. 10.2.2. - 10.2.4.

Если и при повторных измерениях условие (п.п. 10.2.4.) не выполняется, необходимо проверить работоспособность фотоэлектроколориметра и пригодность реактивов.

ЭКОЦЕНТР

**Московский государственный заочный институт пищевой
промышленности**

П Р О П И С Ь

по применению "Методики выполнения измерения содержания флокулянтов Праестол в питьевой воде"

МОСКВА 1997 г.

1. Средства измерений, вспомогательные материалы, устройства и реактивы

- 1.1. Фотоколориметр типа КФК со светофильтром $\lambda = 590\text{нм}$.
- 1.2. Кюветы с толщиной слоя 3мм.
- 1.3. Ручной встряхиватель с шестью цилиндрами, вместимостью по 500см^3 .
- 1.4. Колбы мерные, вместимостью 100, 250 и 1000см^3 .
- 1.5. Пипетки мерные: без делений вместимостью 5см^3 ; с делениями вместимостью 5, 10 и 25см^3 .
- 1.6. Пробирки стеклянные вместимостью 5см^3 .
- 1.7. Весы аналитические.
- 1.8. Стаканы лабораторные стеклянные вместимостью 200 и 400см^3 .
- 1.9. Электропровод механической мешалки с регулируемой скоростью вращения в интервале 100-1000об/мин.
- 1.10. Пальцевая мешалка.
- 1.11. Пропеллерная мешалка.
- 1.12. Автоматическая поршневая пипетка, вместимостью 5см^3 .
- 1.13. Подсветка, создающая рассеянный свет (например, светильник с люминесцентной лампой или дневной свет из окна).
- 1.14. "Праестол" качества TR (содержание основного продукта 99,95-99,975%); марка - в соответствии с применяемой в технологии.
- 1.15. "Блаутон"
- 1.16. Присадка для приготовления суспензии Блаутона.
- 1.17. Калий хлористый, KCl, чда.

2. Подготовка к выполнению измерений

- 2.1. Отбор пробы.
Пробы воды для анализа отбирают в соответствии с ГОСТ 24481-80. Объем пробы должен быть 3дм^3 . Пробы воды не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

- 2.2. Отбор фоновой воды для приготовления шкалы стандартных растворов.

Для приготовления фонового (холостого) раствора отбирают на очистных сооружениях речную воду до введения в нее флокулянта и фильтруют ее через бумажный или мембранный фильтр. Отфильтрованная вода должна быть прозрачной. рН воды должен быть 6-8. Объем фоновой воды для проведения одного измерения должен быть 5дм^3 .

- 2.3. Приготовление вспомогательных растворов.

- 2.3.1. Приготовление раствора хлорида калия с содержанием 10г/дм^3 KCl.

Растворяют 1,000г хлористого калия в мерной колбе вместимостью 100см^3 .

- 2.3.2. Приготовление суспензии Блаутона

На аналитических весах взвешивают 50г Блаутона и 10г Присадки. Объединяют навески и тщательно перемешивают в течение 1мин. Затем полученную смесь диспергируют в 150см^3 дистиллированной воды. Для этого включают механическую мешалку (пропеллерная мешалка) и устанавливают скорость вращения 600об/мин. Постепенно всыпают навеску смеси в воду и продолжают перемешивать в течение 5мин. После окончания перемешивания суспензию выстаивают в течение 30мин. для набухания.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНСТРУКЦИЯ

по проведению определения катионных флокулянтов

Праестол к "Методике выполнения измерений содержания флокулянтов Праестол в питьевой воде".

1. Средства измерений, вспомогательные материалы, устройства и реактивы

- 1.1 Фотоколориметр типа КФК со светофильтром $\lambda=590$ нм.
- 1.2 Кюветы с толщиной слоя 3 мм.
- 1.3 Ручной встряхиватель с шестью цилиндрами, вместимостью по 500 см³.
- 1.4 Колбы мерные, вместимостью 100, 250 и 1000 см³.
- 1.5 Пипетки мерные: без делений вместимостью 5 см³; с делениями вместимостью 5, 10 и 25 см³.
- 1.6 Пробирки стеклянные вместимостью 5 см³.
- 1.7 Весы аналитические.
- 1.8 Стаканы лабораторные стеклянные вместимостью 200 и 400 см³.
- 1.9 Электропривод механической мешалки с регулируемой скоростью вращения в интервале 100 - 1000 об/мин.
- 1.10 Пальцевая мешалка.
- 1.11 Пропеллерная мешалка.
- 1.12 Автоматическая поршневая пипетка, вместимостью 5 см³.
- 1.13 Подсветка, создающая рассеянный свет (например, светильник с люминесцентной лампой или дневной свет из окна).
- 1.14 "Праестол" качества TR (содержание основного продукта 99,95 - 99,975%); марка - в соответствии с применяемой в технологии.
- 1.15 "Блаутон" HFF - Spezia ок. 27% Al₂O₃ > 95% < 2 мкм
- 1.16 Присадка для приготовления суспензии Блаутона.
- 1.17 Кальций азотнокислый Ca(NO₃)₂•4H₂O, чда.

2. Подготовка к выполнению измерений.

2.1 Отбор пробы.

Пробы воды для анализа отбирают в соответствии с ГОСТ 24481-80. Объем пробы должен быть 3 дм³. Пробы воды не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

2.2 Отбор фоновой воды для приготовления шкалы стандартных растворов

Для приготовления шкалы стандартных растворов используют фоновую воду, отобранную из технологической линии водоподготовки, работающей без применения флокулянта. Фоновую воду отбирают с той же стадии очистки, с которой отбирают пробу воды для анализа (из РЧВ). Объем фоновой воды для проведения одного измерения должен быть 5 дм³.

2.3 Приготовление вспомогательных растворов.

2.3.1. Приготовление раствора азотнокислого кальция с содержанием 10 г/дм³ Ca(NO₃)₂•4H₂O

Растворяют 1,000 г азотнокислого кальция в мерной колбе вместимостью 100 см³.

2.3.2. Приготовление суспензии Блаутона.

На аналитических весах взвешивают 50 г Блаутона и 10 г Присадки. Объединяют навески и тщательно перемешивают в течении 1 мин. Затем полученную смесь диспергируют в 150 см³ дистиллированной воды. Для этого включают механическую мешалку (пропеллерная мешалка) и устанавливают скорость вращения 600 об/мин. Постепенно всыпают навеску смеси в воду и продолжают перемешивать в течение 5 мин. После окончания перемешивания суспензию выстаивают в течение 30 мин. для набухания.

Срок хранения приготовленной суспензии 1-2 суток.

2.3.3. Приготовление исходного раствора Праестола №1 с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Навеску 0,25 г Праестола растворяют в 200 см³ дистиллированной воды. Для этого включают механическую мешалку (пальцевая мешалка) и устанавливают скорость вращения 500-600 об/мин. Медленно всыпают Праестол в воду, чтобы каждая крупинка в момент падения смачивалась отдельно и уносилась водой. Избегать образования сгустков. После окончания всыпания Праестола снижают число оборотов мешалки до 100-200 об/мин. и продолжают перемешивание в течение 60 мин. После 15-минутного выстаивания раствор переносят в мерную колбу на 250 см³, доводят до метки и тщательно перемешивают. Приготовленный раствор хранят в прохладном месте в течение 1-1,5 недель.

2.3.4. Приготовление исходного раствора Праестола №2 с массовой концентрацией 5 мг/дм³.

Исходный раствор Праестола №2 готовят разбавленным 5 см³ исходного раствора Праестола №1 (1 г/дм³) в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор готовят заново перед каждой серией определений; срок хранения не более суток.

3. Выполнение измерений.

3.1. Приготовление шкалы стандартных растворов.

В штативе устанавливают 6 пронумерованных мерных цилиндров в порядке возрастания номеров. Цилиндры №№1-5 заполняют на 2/3 объема фоновой водой. Помещают в каждый цилиндр соответственно: №1 - 0,0 см³, №2 - 2,5 см³, №3 - 5,0 см³, №4 - 10,0 см³, №5 - 15,0 см³ исходного раствора Праестола №2 (5 мг/дм³), доводят объемы в цилиндрах до 500 см³ фоновой водой, закрывают цилиндры затворной планкой и перемешивают двадцатикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. Содержание Праестола в стандартной серии: 0,000; 0,025; 0,050; 0,100; 0,150 мг/дм³ соответственно. В цилиндр №6 помещают 500 см³ анализируемой пробы.

3.2. Порядок ввода реагентов.

В каждый из 6 цилиндров при помощи мерной пипетки вводят по 2,5 см³ раствора азотнокислого кальция (10 г/дм³) и перемешивают 10-кратным переворачиванием цилиндров. Затем при помощи мерной пипетки на дно каждого цилиндра помещают по 5

см³ суспензии Блаутона, тщательно перемешивая суспензию каждый раз непосредственно перед ее отбором, и перемешивают содержимое цилиндров двадцатикратным переворачиванием. После окончания перемешивания включают секундомер и проводят полуколичественное и количественное определение Праестола.

3.3. Полуколичественное определение Праестола.

Для полуколичественного определения сравнивают скорость седиментации и остаточную мутность анализируемой пробы (цилиндр №6) с растворами шкалы стандартов (цилиндры №1 - №5).

После минутного отстаивания суспензии Блаутона в приготовленной серии растворов проводят визуальное сравнение в проходящем свете (с подсветкой или при дневном свете из окна) скоростей седиментации Блаутона и остаточной мутности в осветленных слоях жидкости. Возрастание концентрации Праестола в стандартном растворе характеризуется увеличением скорости седиментации Блаутона и снижением остаточной мутности осветленной жидкости. Оптимальный период времени визуального наблюдения от 1 до 5 минут после окончания перемешивания.

После 5-минутного отстаивания суспензии из каждого цилиндра при помощи автоматической поршневой пипетки отбирают по 5 см³ раствора с одинаковой глубиной жидкости (≈10 см от поверхности), помещают в чистые пробирки и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 3 мм при желтом светофилт্রে ($\lambda=590$ нм) по отношению к дистиллированной воде. Непосредственно перед измерением каждую пробирку тщательно взбалтывают.

Для количественного определения выбирают стандартный раствор, в котором скорость седиментации и остаточная мутность наиболее близка к аналогичным характеристикам анализируемого раствора.

3.4. Количественное определение методом компарирования.

Шесть пронумерованных мерных цилиндров вместимостью 500 см³ устанавливают в штатив в порядке возрастания номеров. В трех из них (№1 - №3) готовят стандартный раствор Праестола, идентифицированный с анализируемой пробой при полуколичественном определении; его концентрация не должна отличаться от концентрации анализируемой пробы более чем на 30%. В цилиндры №1 - №3 помещают соответствующее количество исходного раствора Праестола №2 (5 мг/дм³), доводят объем в цилиндрах до 500 см³ фоновой водой, закрывают цилиндры затворной планкой и перемешивают двадцатикратным переворачиванием штатива с цилиндрами. В оставшиеся цилиндры №4 - №6 помещают по 500 см³ анализируемой пробы.

Затем выполняют операции в соответствии с п.п. 3.2 и 3.3.

Получают по 3 параллельных значения оптической плотности стандартного раствора известной концентрации (цилиндры №1 - №3) и анализируемой пробы (цилиндры №4 - №6), которые используют в дальнейших расчетах.

4. Обработка результатов измерений.

За результат измерения принимают значение концентрации анализируемой пробы $C_{\text{п}}$, рассчитанное по формуле:

$$C_{\text{п}} = \frac{D_{\text{г}} C_{\text{г}}}{D_{\text{п}}},$$

- где $C_{\text{г}}$ - концентрация стандартного раствора Праестола, мг/дм³;
 $D_{\text{г}}$ - оптическая плотность стандартного раствора Праестола, рассчитанная как среднее арифметическое значение результатов трех параллельных измерений;
 $D_{\text{п}}$ - оптическая плотность анализируемой пробы, рассчитанная как среднее арифметическое значение трех параллельных измерений.