**Метод определения ортофосфатов в питьевой и природной воде**

**ГОСТ 18309-2014 Вода. Методы определения фосфорсодержащих веществ**

**1. Сущность метода**

Метод основан на гидролизе полифосфатов, переходящих в ортофосфаты, с образованием фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в синий цвет, устойчивого в течение часа и последующем фотометрическом определении полученного окрашенного соединения.

**2. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**

1. Спектрофотометр.

2. Набор кювет.

3. Колбы мерные вместимостью 10; 50; 200 см3.

4. Пипетки градуированные вместимостью 1, 5 см3.

5. Бюретка вместимостью 25 см3.

6. Химические стаканы вместимостью 50; 100; 400; 600 см3.

7. Воронка химическая 36 мм.

7. Раствор фосфат-ионов с концентрацией 100 мг/дм3.

8. Основной раствор двухлористого олова

9. Раствор гидроокиси натрия, 0,1 н

**3. Подготовка посуды**

Стеклянную посуду, используемую на стадии получения окрашенного комплекса, следует периодически ополаскивать разбавленным раствором гидроокиси натрия, чтобы удалить остатки окрашенного комплекса, который имеет тенденцию к отложению в виде тонкой пленки на стенках посуды.

**4. Приготовление рабочего раствора фосфат-ионов массовой концентрации 1 мг/дм3**

Готовят 200 см3 раствора разбавлением из раствора с концентрацией 100 мг/дм3.

Раствор готовят в день использования.

**5. Приготовление рабочего раствора двухлористого олова**

В мерную колбу вместимостью 10 см3 вносят 2,5 см3 основного раствора двухлористого олова и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день использования, раствор устойчив не более 4 ч.

**6. Приготовление градуировочных растворов**

В мерные колбы вместимостью 50 см3 вносят бюреткой 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см3 рабочего раствора фосфат-ионов массовой концентрации 1 мг/дм3 и доводят объем до метки. Перемешивают. В каждую колбу добавляют пипеткой 1 см3 кислого раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, через 5 мин вносят 0,1 см3 рабочего раствора двухлористого олова и снова перемешивают. Приготовленные градуировочные растворы выдерживают 10-15 минут, после чего проводят измерения.

Градуировочный раствор, не содержащий фосфат-ионов, является раствором сравнения для градуировки, в соответствии с руководством по эксплуатации прибора и компьютерной обработки информации.

Готовят две серии градуировочных растворов.

**7. Выбор светофильтра**

Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 400 нм до 730 нм поочередно с шагом 30 нм. Записывая результаты измерения в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают длину волны соответствующую наибольшему светопоглощению исследуемого раствора.

Измерения градуировочных растворов проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора при выбранных длине волны и толщине кюветы 30 мм.

**8. Порядок проведения измерений анализируемой пробы**

В мерные колбы вместимостью 50 см3 вносят 50 см3 анализируемой воды, в колбу добавляют пипеткой 1 см3 кислого раствора молибденовокислого аммония, перемешивают, через 5 мин вносят 0,1 см3 рабочего раствора двухлористого олова и снова перемешивают. Одновременно готовят 2 параллельные пробы. Подготовленные анализируемые пробы воды выдерживают от 10 до 15 мин, после чего проводят измерения.

Измеряют оптическую плотность аликвоты подготовленной пробы исследуемой воды, как при построении градуировочной характеристики с последующим расчетом массовой концентрации ортофосфатов. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду, подготовленную аналогично пробе исследуемой воды.

**9. Обработка результатов измерений**

При наличии компьютерной системы сбора и обработки информации порядок обработки результатов определяется руководством (инструкцией) по эксплуатации.

За результат измерений содержания ортофосфатов принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений *X1* и *X2* в двух аликвотах пробы воды при выполнении условия

ГОСТ 18309-2014 Вода. Методы определения фосфорсодержащих веществ (с Поправкой), (1)

где *r*- значение предела повторяемости по таблице 1, %.

**10. Метрологические характеристики**

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице, при доверительной вероятности *P=*0,95

*Таблица*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой концентрации ортофосфатов, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при*P=*0,95), r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при *P*=0,95), R, % | Показатель точности (границы относительной погрешности\* при вероятности *P*=0,95), , % |
| От 0,010 до 0,10 включ. | 40 | 56 | 40 |
| Св. 0,10 до 0,40 включ. | 30 | 42 | 30 |
| Св. 0,40 до 10,0 включ. | 24 | 34 | 24 |
| Св. 10,0 до 40 включ. | 20 | 28 | 20 |
| \* Установленные численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) Uотнпри коэффициенте охвата k=2. | | | |

**11. Оформление результатов измерений**

Результаты измерений массовой концентрации ортофосфатов, мг/дм3, представляют в виде:

(, мг/дм3 при доверительной вероятности Р=0,95 и n=2.

где , - среднее значение концентрации, мг/дм3;

∆ - абсолютная погрешность измерений массовой концентрации ортофосфатов, мг/дм3, рассчитываемая по формуле:

ГОСТ 18309-2014 Вода. Методы определения фосфорсодержащих веществ (с Поправкой), (2)

где - относительная погрешность измерения массовой концентрации ортофосфатов по таблице 1, %;

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности, выраженное в миллиграммах на кубический дециметр и содержащее не более двух значащих цифр.