УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Методы определения ионов калия

Drinking medicinal, medicinal-table and natural-table mineral waters. Methods of determination of potassium ions

ГОСТ 23268.7–78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2411 срок действия установлен

с 01.01.80
до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на лечебные, лечебно-столовые и природные столовые питьевые минеральные воды и устанавливает гравиметрический и пламенно-фотометрический методы определения ионов калия.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения калия — не менее 300 см^3.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении ионов калия в виде тетрафенилбората калия. Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

Метод позволяет определять от 0,1 до 2 мг ионов калия в пробе.

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 250, 500, 1000 см^3; цилиндры 10, 50, 100 см^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Стаканы и колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82,

вместимостью: стаканы 50, 100, 150, 200, 250 см³; колбы конические 250 см³.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Фильтры стеклянные № 3, 4 по ГОСТ 25336—82.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 см³.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Тетрафенилборат натрия.

Алюминий сернокислый по ГОСТ 3758—75.

Алюминия окись.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Кислота уксусная по ГОСТ 19814—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление 3 %-ного раствора тетрафенилбората натрия*

3 г тетрафенилбората натрия взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г, растворяют в 97 см³ дистиллированной воды, приливают 2 см³ 10 %-ного раствора сернокислого алюминия, отстаивают в течение 12—14 ч до осветления раствора, фильтруют через слой окиси алюминия в стеклянном фильтре № 3 или 4.

2.3.2. *Приготовление промывного раствора*

К 500 см³ дистиллированной воды приливают 15 см³ 3 %-ного раствора тетрафенилбората натрия и 5 см³ ледяной уксусной кислоты.

2.3.3. *Приготовление раствора соляной кислоты 1 : 1*

К 50 см³ дистиллированной воды приливают 50 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³.

2.3.4. *Приготовление 25 %-ного раствора гидроокиси натрия* 25 г гидроокиси натрия взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г и растворяют в 75 см³ дистиллированной воды.

2.3.5. *Приготовление 10 %-ного раствора сернокислого алюминия*

19 г кристаллогидрата сернокислого алюминия взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г и растворяют в 81 см³ дистиллированной воды.

2.3.6. *Подготовка стеклянных фильтров*

Стеклянные фильтры перед анализом нагревают в концентрированной серной кислоте, промывают дистиллированной водой, высушивают в сушильном шкафу и доводят до постоянной массы. Погрешность взвешивания — не более ±0,0005 г.

2.3.7. *Приготовление раствора метилового оранжевого*

0,1 г метилового оранжевого взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. В стакан вместимостью 200 см³ отмеривают от 10 до 100 см³ анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 0,1 до 20 мг ионов калия. Для устранения мешающего влияния ионов аммония к анализируемой воде прибавляют 10 см³ 25 %-ного раствора гидроокиси натрия и содержимое кипятят до уменьшения объема на $^1/_3$.

Пробу охлаждают, приливают 2 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты 1 : 1 до изменения цвета раствора из желтого в розовый.

При перемешивании прибавляют к пробе 10 см³ 3 %-ного раствора тетрафенилбората натрия. Через 1 ч отфильтровывают выпавший осадок через стеклянный фильтр, подготовленный по п. 2.3.6. Осадок на фильтре несколько раз обрабатывают промывным раствором, высушивают при температуре 105—120 °С и доводят до постоянной массы с погрешностью взвешивания не более ±0,0005 г.

2.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию ионов калия (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 0,109 \cdot 1000}{V},$$

где m — масса осадка, г;

0,109 — коэффициент пересчета на калий;

V — объем воды, взятый на анализ, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 4 %.

3. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на способностч возбужденных ионов калия легко испускать характерное излучение, интенсивность которого пропорциональна содержанию ионов калия.

Метод позволяет определять от 1 до 100 мг/дм³ ионов калия.

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Фотометр пламенный.

Светофильтр на калий.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, колбы вместимостью 100, 1000 см³.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 см³.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Пропан-бутан (бытовой в баллоне) или газ из городской сети.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора хлористого калия*

Основной стандартный раствор хлористого калия готовят по ГОСТ 4212—76. 1 см³ раствора содержит 1 мг ионов калия.

3.3.2. *Приготовление рабочего стандарта раствора хлористого калия*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 100 см³ основного стандартного раствора хлористого калия и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг ионов калия.

3.3.3. *Подготовка пробы*

Анализируемую пробу фильтруют и разбавляют дистиллированной водой так, чтобы массовая концентрация ионов калия в подготовленной пробе была от 1 до 100 мг/дм³. Для анализа готовят не менее двух разведений.

3.4. Проведение анализа

Измерение проводят на пламенном фотометре в пламени пропан-бутан-воздух. Для ионов калия характерна спектральная линия с длиной волны 770 нм.

3.5. Построение градуировочного графика

3.5.1. Готовят стандартные растворы с массовой концентрацией калия 0,0; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0; 60,0; 70,0; 80,0; 90,0; 100,0 мг/дм³.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая помещают 0,0; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0; 60,0; 70,0; 80,0; 90,0; 100,0 см³ рабочего стандартного раствора хлористого калия и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Измерения проводят на пламенном фотометре, вначале анализируя дистиллированную воду, затем стандартные растворы в порядке возрастания в них ионов калия, а далее стандартные растворы — в обратной последовательности.

После каждого определения распыляют дистиллированную воду. Вычисляют среднее арифметическое значение интенсивно-

сти излучения для каждого стандартного раствора и строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, а на оси абсцисс — массовую концентрацию ионов калия, мг/дм³.

Присутствие в анализируемой воде ионов натрия более 25 мг/дм³ и ионов кальция более 50 мг/дм³ вызывает ошибку при определении ионов калия, уменьшить которую можно, добавляя в стандартные растворы указанные компоненты в количестве, равном их массовой концентрации в анализируемой воде.

3.6. Обработка результатов

3.6.1. Массовую концентрацию ионов калия (X_1), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{CV_1}{V_2},$$

где C — массовая концентрация ионов калия, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V_1 — объем, до которого разбавлена проба, см³;

V_2 — объем воды, взятый на анализ, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 15 %.

gost.e-ecolog.ru