УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Метод определения сульфат-ионов

Drinking medicinal, medicinal-table and natural table mineral waters. Method of determination of sulphate ions

ГОСТ 23268.4—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2408 срок введения 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 титриметрический метод определения сульфат-ионов.

Метод основан на образовании в кислой среде практически нерастворимого сернокислого бария. Определение проводят титрованием пробы воды водорастворимыми солями бария в присутствии индикаторов нитхромазо или хлорфосфоназо.

Метод позволяет определять от 0,2 мг сульфат-ионов в пробе.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения сульфат-ионов должен быть не менее 150 см^3.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 10, 25 см^3; пипетки 1, 2, 5, 10, 25, 50 и 100 см^3.

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 200, 250 см^3.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 500, 1000 см³; цилиндры 50, 100 см³

Колонка для катионита, изготовленная из прямой стеклянной трубки диаметром 2,5 см, в нижней части которой имеется стеклянная фильтрующая пластина и кран. В качестве колонки можно использовать нижнюю часть бюретки вместимостью 100 см³ со слоем фильтрующей стекловаты.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Барий азотнокислый по ГОСТ 3777—76.

Барий хлористый фиксанал, 0,1 н. раствор.

Нитхромазо.

Хлорфосфоназо.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Смолы ионообменные. Катионит КУ-2 по ГОСТ 20298—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Бумага универсальная индикаторная.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 0,02 н. раствора азотнокислого бария

5,2268 г азотнокислого бария взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Дистиллированную воду предварительно кипятят для удаления двуокиси углерода.

3.2. Приготовление 0,1 н. раствора хлористого бария

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора хлористого бария количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Дистиллированную воду предварительно кипятят для удаления двуокиси углерода.

3.3. Приготовление 0,02 н. раствора хлористого бария

100 см³ 0,1 н. раствора хлористого бария количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Дистиллированную воду предварительно кипятят для удаления двуокиси углерода.

3.4. Приготовление 0,2%-ного водного раствора нитхромазо

0,2 г нитхромазо взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.5. Приготовление 0,2%-ного водного раствора хлорфосфоназо

0,2 г хлорфосфоназо взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.6 Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора соляной кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.7. Подготовка катионита КУ-2

Для регенерации катионита (перевода в H^+-форму) через колонку пропускают 0,1 н. раствор соляной кислоты до тех пор, пока pH выходящего раствора кислоты не будет равен pH исходного раствора.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализируемую воду пропускают через колонку, наполненную ионообменной смолой КУ-2 в H^+-форме. Первые 10—20 см³ фильтрата для анализа не используют.

От 10 до 50 см³ фильтрата с содержанием от 0,2 до 8 мг сульфат-иона помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³. Приливают равное количество спирта или ацетона, 2 капли 0,2%-ного раствора нитхромазо или хлорфосфоназо и оттитровывают 0,02 н. раствором азотнокислого или хлористого бария до изменения цвета раствора из фиолетового в голубой.

Титрование вначале проводят медленно, тщательно перемешивая, от первых капель титранта образуется синяя окраска раствора, сохраняющаяся в течение 30—40 с.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую концентрацию сульфат-ионов (X), в мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot \nu \cdot 48 \cdot 1000}{V_s},$$

где V_1 — объем раствора титранта, израсходованный на титрование, см³;

$н$ — нормальность раствора титранта;

48 — грамм-эквивалент сульфат-иона;

V_2 — объем воды, взятый на анализ, см^3.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2,5%.

gost.e-ecolog.ru