23268.3-78—
— 18-78

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 23268.0-78 — ГОСТ 23268.18-78

Издание официальное

Цена 35 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Методы определения гидрокарбонат-ионов

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

ГОСТ 23268.3—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 методы определения гидрокарбонат-ионов.

Метод основан на нейтрализации гидрокарбонат-ионов соляной кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого. Метод позволяет определять от 5 мг гидрокарбонат-ионов в пробе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения гидрокарбонат-ионов должен быть не менее 250 $см^3$.

2а. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2а.1. Сущность метода

Метод основан на нейтрализации гидрокарбонат-ионов соляной кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого. Метод позволяет определять от 5 мг гидрокарбонат-ионов в пробе.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание сентябрь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1983 г. (ИУС № 8 — 1983 г.)*

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Колбы мерные лабораторные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 1000 см³.

Колбы конические стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: пипетки 10, 25, 50 см³ бюретки 25 см³.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Весы технические типа ВЛТ-200.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. 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 доводят дистиллированной водой до метки.

3.2. Приготовление 0,1%-ного 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 дистиллированной водой до 100 см³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают от 25 до 50 см³ анализируемой минеральной воды, объем пробы доводят дистиллированной водой до 100 см³, добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты до изменения цвета раствора из желтого в розовый. При наличии в исследуемой воде гидрокарбонат-ионов более 300 мг/л после окончания титрования пробу воды кипятят с обратным холодильником в течение 5—7 мин (обратный холодильник можно заменить перевернутой воронкой). В случае изменения цвета раствора в желтый пробу дотитровывают соляной кислотой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V_н \cdot 61 \cdot 1000}{V_1},$$

где V — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

$н$ — нормальность раствора соляной кислоты;

61 — грамм-эквивалент гидрокарбонат-ионов;

V_1 — объем воды, взятый на анализ, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 3,0%.

6. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

6.1. Сущность метода

Метод основан на установлении конечной точки титрования по наибольшему изменению величины pH, фиксируемому с помощью стеклянного электрода.

Метод применяется при разногласиях, возникающих в оценке качества, и при выполнении химического анализа вод.

6.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Прибор для измерения величины pH типа pH-метр-милливольтметр (pH-340, pH-121) или иономер ЭВ-74.

Электрод сравнения хлор-серебряный насыщенный образцовый 2-го разряда по ГОСТ 17792—72.

Электрод стеклянный типа ЭСЛ.

Мешалка магнитная ММ-3.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: пипетки 10, 25, 50, 100 см³; бюретки 25 см³.

Колбы мерные лабораторные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 см³.

Стаканы лабораторные вместимостью 150 см³ (диаметр стакана 60—70 мм, высота 70—75 мм).

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Кислота соляная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

6.3. Подготовка к анализу

6.3.1. Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты — по п. 3.1.

6.3.2. *Приготовление 0,02 н. раствора соляной кислоты*

В мерную колбу вместимостью 500 см³ отмеривают 100 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты, добавляют до метки дистиллированную воду, закрывают колбу пробкой и перемешивают.

6.4. Проведение анализа

В стакан вместимостью 150 см³ отмеривают от 1 до 100 см³ минеральной воды (V_1) с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 5 до 120 мг гидрокарбонат-ионов, доливают дистиллированной водой до 100 см³) (если отмеренная проба составляла менее 100 см³).В раствор погружают стеклянный электрод и наконечник электролитического ключа. Титрование ведут 0,1 н. или 0,02 н. (при содержании в пробе менее 10 мг гидрокарбонат-ионов) раствором HCl из обычной бюретки с ценой деления не более 0,1 см³, перемешивая титруемый раствор магнитной мешалкой. Вначале проводят ориентировочное титрование с целью определения примерного положения эквивалентной точки. Для этого раствор титранта прибавляют порциями по 0,5—1,0 см³ и после прибавления каждой порции снимают показания прибора (величину pH). Вначале величина pH изменяется незначительно, но вблизи эквивалентной точки наблюдается резкий скачок pH. После скачка pH прибавляют еще 2—3 порции титранта и ориентировочное титрование заканчивают. Замечают объемы титранта (V_2) и (V_3), при которых наблюдалось максимальное изменение pH ($\Delta pH_{max} = pH_{V_3} - pH_{V_2}$). Последующее, точное титрование проводят вблизи эквивалентной точки, но, начиная с объема V_2, титрант прибавляют по каплям и снова по максимальному скачку pH определяют объем титранта. Результаты, полученные при точном титровании, оформляют по форме, указанной в справочном приложении.

6.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов вычисляют по формуле, указанной в разд. 5.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1,0—1,5 % для вод с содержанием гидрокарбонат-ионов более 100 мг/дм³ и 2 % — для вод, содержащих менее 100 мг/дм³ гидрокарбонат-ионов.

Разд. 6 **(Введен дополнительно, Изм. № 1)**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Результаты точного титрования потенциометрическим методом

Порядковый номер измерения n	Объем титранта V, см³	pH	$\Delta pH = pH_{V_n} - pH_{V_{n+1}}$

gost.e-ecolog.ru

(Введено дополнительно, Изм. № 1).