УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Метод определения ионов серебра

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

ГОСТ 23268.13—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 метод определения ионов серебра колориметрическим титрованием.

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в желтый цвет дитизоната серебра.

Метод позволяет определять от $1 \cdot 10^{-4}$ мг ионов серебра в пробе.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения серебра — не менее 150 см³.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 и 150 см³.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 5 см³, пипетки 2, 5, 10, 50 см³.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Воронки делительные вместимостью 150, 200, 500 см³.
Весы лабораторные аналитические.
Весы технические типа ВЛТ-200.
Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.
Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773- 72.
Дитизон по ГОСТ 10165—79.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.
Кислота соляная фиксанал, 0,1 н. раствор.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.
Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого серебра*

0,1573 г азотнокислого серебра взвешивают с погрешностью не более ±0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 3 капли концентрированной азотной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. 1 см³ раствора содержит 0,1 мг ионов серебра.

3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого серебра*

10 см³ основного стандартного раствора азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Для анализа следует использовать свежеприготовленный раствор.

1 см³ раствора содержит 0,001 мг ионов серебра.

3.3. Приготовление раствора аммиака

1,5 см³ раствора аммиака плотностью 0,95 г/см³ помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

3.4. Приготовление 30%-ного раствора хлористого аммония

30 г хлористого аммония взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г и растворяют в 70 см³ дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 10%-ного раствора трилона Б

10 г трилона Б взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 1%-ного раствора сернокислого гидроксиламина

1 г сернокислого гидроксиламина взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г и растворяют в 99 см³ дистиллированной воды.

3.7. Приготовление 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 100 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

3.8. Приготовление основного стандартного раствора дитизона

Дитизон предварительно очищают от содержащихся в нем примесей, используя способность дитизона растворяться в щелочных водных растворах. Продукты окисления при разделении остаются в слое органического растворителя. 0,17 г дитизона, предназначенного для очистки, взвешивают с погрешностью не более ±0,001 г, помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, растворяют в 100 см³ четыреххлористого углерода, добавляют 100 см³ водного раствора аммиака и встряхивают несколько раз. Нижний слой, представляющий собой раствор неочищенного дитизона в четыреххлористом углероде, сливают в другую воронку и снова экстрагируют, добавив 50 см³ водного раствора аммиака. Экстракцию повторяют до тех пор, пока верхний водно-аммиачный слой не перестанет окрашиваться в оранжево-желтый цвет. Водно-аммиачные экстракты оранжево-желтого цвета, содержащие аммиачные соли дитизона, фильтруют через вату, собирают в делительную воронку, нейтрализуют концентрированной соляной кислотой до перехода цвета раствора в бледно-зеленый и выпадения темных хлопьев. Добавляют еще 2 капли соляной кислоты и экстрагируют 3—4 раза четыреххлористым углеродом порциями по 50 см³.

Нижний слой зеленого цвета, представляющий раствор дитизона в четыреххлористом углероде, сливают через бумажный фильтр в склянку из темного стекла. Общий объем раствора дитизона доводят четыреххлористым углеродом до 300 см³.

3.9. Приготовление рабочего стандартного раствора дитизона

10 см³ основного стандартного раствора дитизона помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³ и объем раствора доводят четыреххлористым углеродом до метки.

3.10. Приготовление 0,1%-ного раствора индикатора метилового оранжевого

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В колбу вместимостью 100—150 см³ вносят 50 см³ анализируемой воды. Присутствующие гидрокарбонат-ионы в пробе нейтрализуют 1 н. раствором соляной кислоты, количество которой определяют титрованием отдельной пробы, используя в качестве индикатора метиловый оранжевый. Для перевода нерастворимых галогенидов серебра в растворимые комплексные соединения добавляют 7 см³ 30 %-ного раствора хлористого аммония. Содержимое колбы кипятят, быстро охлаждают до 20°С и переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 см³. Для маскировки катионов приливают 2 см³ 10 %-ного раствора трилона Б. Влияние окислителей устраняют добавлением 2 см³ 1 %-ного раствора сернокислого гидроксиламина. Вносят 2 см³ рабочего стандартного раствора дитизона. Пробу встряхивают в течение 5 мин. Если слой дитизона после встряхивания окрашивается в желтый или оранжевый цвет, добавляют следующую порцию дитизона и снова встряхивают.

Операцию повторяют до тех пор, пока слой дитизона в воронке не примет желто-зеленый цвет.

Параллельно те же операции проводят с контрольной пробой дистиллированной воды, не содержащей серебра. Контрольную пробу титруют рабочим стандартным раствором азотнокислого серебра до выравнивания интенсивности цвета в анализируемой и контрольной пробах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию ионов серебра (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0{,}001 \cdot 1000}{V_2},$$

где V_1 — объем рабочего стандартного раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

0,001 — масса серебра в 1 см³ рабочего стандартного раствора, мг;

V_2 — объем воды, взятый на анализ, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения которых не должны превышать 2%.

gost.e-ecolog.ru