УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Методы определения бромид-ионов

ГОСТ 23268.15—78

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

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2417 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 колориметрический и йодометрический методы определения бромид-ионов.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения бромид-ионов должен быть не менее 100 см^3.

2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении бромид-ионов хромовокислым калием в кислой среде до свободного брома и образовании розового бромпроизводного розанилина при взаимодействии брома с фуксинсерной кислотой.

Метод позволяет определять от 0,05 до 0,1 мг бромид-ионов в пробе.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, пипетки вместимостью 1, 2, 10, 25 см^3.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Стакан и колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью: колбы конические 200, 250, 300 см³; стаканы 1000 см³.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Пробирки с притертой пробкой вместимостью 20 см³.

Воронки по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Склянка темная с притертой пробкой вместимостью 150 см³.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Часы песочные по ГОСТ 10576—74 на 1 мин.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Фуксин основной.

Хлороформ медицинский.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кадмий уксуснокислый по ГОСТ 5824—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

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

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление 10%-ного раствора хромовокислого калия*

10 г хромовокислого калия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды.

2.3.2. *Приготовление раствора серной кислоты 1:20*

К 200 см³ дистиллированной воды приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты (плотностью 1,84).

2.3.3. *Приготовление раствора фуксина в серной кислоте*

0,1 г основного фуксина взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют при нагревании в 100 см³ дистиллированной воды. К 10 см³ раствора приливают 100 см³ серной кислоты 1:20. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

2.3.4. *Приготовление основного стандартного раствора бромистого калия — по ГОСТ 4212—76.*

1 см³ раствора содержит 1 мг бромид-ионов.

2.3.5. *Приготовление рабочего стандартного раствора бромистого калия*

10 см³ основного стандартного раствора бромистого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг/см³ бромид-ионов.

2.4. Проведение анализа

В пробирку с притертой пробкой вместимостью 20 см³ отмеривают от 1 до 10 см³ анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 0,05 до 0,1 мг бромид-ионов и доводят объем проб до 10 см³ дистиллированной водой. К пробе добавляют 0,5 см³ концентрированной соляной кислоты, 0,5 см³ 10 %-ного раствора хромовокислого калия и 2 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор перемешивают, помещают в водяную баню и выдерживают при температуре от 10 до 15°С в течение 30 мин. Прибавляют 1 см³ раствора фуксина в серной кислоте, 2 см³ хлороформа, смесь энергично встряхивают в течение 1 мин.

Одновременно в тех же условиях готовят шкалу эталонных растворов с массовой концентрацией бромид-ионов: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 мг/дм³, для чего в пробирки с притертыми пробками приливают соответственно 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ рабочего стандартного раствора и дистиллированной воды до 10 см³. Эталонные растворы обрабатывают так же, как и анализируемую воду.

После отстаивания сравнивают интенсивность цвета хлороформенного слоя анализируемой воды с интенсивностью цвета хлороформенных слоев эталонных растворов.

Определению мешает сероводород.

При определении бромид-ионов в сульфидных водах сероводород связывают уксуснокислым кадмием, для чего к анализируемой воде добавляют от 0,3 до 0,5 г уксуснокислого кадмия, выпавший осадок отфильтровывают, а фильтрат используют для определения бромид-ионов.

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{a \cdot V_2}{V_1},$$

где a — массовая концентрация бромид-ионов, определенная по шкале эталонных растворов, мг/дм³;

V_1 — объем анализируемой воды, взятый на анализ, см³;

V_2 — объем колориметрируемой пробы, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1 мг/дм³.

3. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении бромид-ионов хлорноватистокислым натрием до бромат-ионов с последующим йодометрическим

определением. Метод позволяет определять от 0,2 до 10,0 мг бромид-ионов в пробе.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 500, 1000 $см^3$; цилиндры 25, 50, 100 $см^3$.

Колбы конические стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82,

вместимостью: конические 200, 250 $см^3$; круглодонные 250, 500, 1000, 1500 $см^3$.

Склянка трехгорловая вместимостью 1000 $см^3$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Термометр по ГОСТ 215—73.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Воронка делительная вместимостью 50 $см^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Сосуд для льда.

Склянка вместимостью 100—200 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Хлор жидкий по ГОСТ 6718—68.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Кислота соляная, фиксанал, 0,1 н. раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий серноватистокислый, фиксанал, 0,1 н. раствор.

Калий двухромовокислый, фиксанал, 0,1 н. раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79.

Натрий муравьинокислый безводный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 245—76.

Кадмий уксуснокислый по ГОСТ 5824—79.

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

3.3. Подготовка к анализу

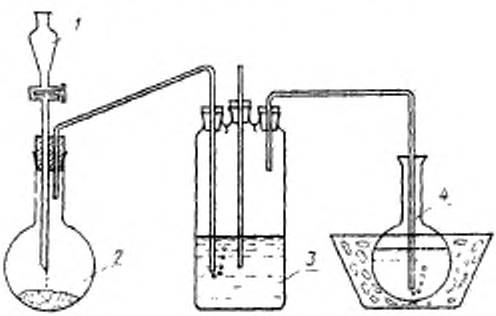
3.3.1. *Приготовление 1,7 н. раствора гидроокиси натрия*

68 г гидроокиси натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.3.2. *Получение хлора*

Собирают прибор согласно чертежу. В колбу *2* помещают 120 г марганцовокислого калия, в делительную воронку *1* вносят 400 см³ концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19). Сосуд *3* заполняют на $^1/_2$ объема дистиллированной водой. Для получения хлора открывают кран делительной воронки, по каплям приливают соляную кислоту в колбу с марганцовокислым калием, выделившийся газ промывают, пропуская его через сосуд с дистиллированной водой и направляют в колбу *4*, заполненную щелочью.

Прибор для получения хлора



3.3.3. *Приготовление раствора хлорноватистокислого натрия*

В колбу вместимостью 1500 см³ приливают 1000 см³ 1,7 н. раствора гидроокиси натрия. Колбу погружают в сосуд со льдом и пропускают через раствор гидроокиси натрия хлор.

Для насыщения используют жидкий хлор из баллона или газообразный, полученный по п. 3.3.2. Насыщение проводят до получения от 1,2 до 1,4 н. раствора хлорноватистокислого натрия с остаточной щелочью от 0,3 до 0,5 г-экв/дм³. Нормальность раствора хлорноватистокислого натрия начинают проверять через 2 ч после начала насыщения и далее проводят определения через каждые 30 мин.

Щелочность полученного раствора вычисляют по формуле

$$N_1 - N_2 = N_3,$$

где N_1 — нормальность исходного раствора гидроокиси натрия, г-экв/дм³;

N_2 — нормальность полученного раствора хлорноватистокислого натрия, г-экв/дм³;

N_3 — остаточная щелочность, г-экв/дм³.

3.3.4. *Определение нормальности раствора хлорноватистокислого натрия*

В коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 50 см³ дистиллированной воды, вносят 1 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, 5 см³ 20%-ного раствора серной кислоты, 1 см³ хлорноватистокислого натрия и 1 см³ раствора крахмала. Колбу закрывают, содержимое перемешивают и титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором сероватистокислого натрия.

Нормальность раствора хлорноватистокислого натрия ($н_1$), г-экв/дм³, вычисляют по формуле

$$н_1 = \frac{Vн}{V_1},$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см³;

$н$ — нормальность раствора серноватистокислого натрия;

V_1 — объем раствора хлорноватистокислого натрия, взятый на титрование, см³.

3.3.5. *Приготовление 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и объем раствора доводят этой же водой до метки.

3.3.6. *Приготовление 0,01 н. раствора серноватистокислого натрия*

100 см³ 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой до метки.

3.3.7. *Приготовление 20%-ного раствора муравьинокислого натрия*

20 г муравьинокислого натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 80 см³ дистиллированной воды.

3.3.8. *Приготовление 1%-ного раствора молибденовокислого аммония*

1 г молибденовокислого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и фильтруют раствор.

3.3.9. *Приготовление 20%-ного раствора серной кислоты*

В колбу вместимостью 1000 см³, заполненную на $^1/_3$ дистиллированной водой, осторожно приливают 120 см³ серной кислоты (плотностью 1,84), содержимое охлаждают и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.4. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 200 см³ вносят от 25 до 50 см³ анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 0,2 до 10 мг бромид-ионов, прибавляют 1 г однозамещенного фосфорнокислого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, 10 см³ раствора хлорноватистокислого натрия и содержимое нагревают до кипения. Затем для разрушения избытка хлорноватистокислого натрия добавляют 20 см³ 20 %-ного раствора муравьинокислого натрия, перемешивают и кипятят 5 мин. К охлажденному до комнатной температуры раствору прибавляют 1 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, 25 см³ 20 %-ного раствора серной кислоты, 1 см³ 1 %-ного раствора молибденовокислого аммония, 1 мл раствора крахмала и оттитровывают выделившийся йод 0,01 н. раствором серноватистокислого натрия. Параллельно проводят те же операции с контрольной пробой дистиллированной воды, не содержащей бромид-ионов. Определению мешает железо с массовой концентрацией более 1 мг/дм³ и сероводород. В присутствии йодид-ионов предложенным методом определяют сумму бромид- и йодид-ионов.

При определении бромид-ионов в водах, содержащих железо, его предварительно осаждают, для чего к анализируемой пробе прибавляют 0,5 г двууглекислого натрия и содержимое кипятят от 5 до 10 мин. Выпавший осадок отфильтровывают, а фильтрат используют для определения бромид-ионов.

При определении бромид-ионов в сульфидных водах мешающее влияние сероводорода устраняют по п. 2.4.

В присутствии йодид-ионов массовую концентрацию бромид-ионов определяют по разности между общей массовой концентрацией бромид- и йодид-ионов и массовой концентрацией йодид-ионов в мг-экв/дм³, определенным в отдельной пробе по ГОСТ 23268.16—78.

3.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2)\kappa \cdot 13{,}3 \cdot 1000}{V},$$

где V — объем анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V_2 — объем серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

κ — нормальность раствора серноватистокислого натрия.

13,3 — грамм-эквивалент бромид-ионов в данной реакции.

gost.e-ecolog.ru

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