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 натрия

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

ГОСТ 23268.6—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2410 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, колориметрический и пламенно-фотометрический методы определения ионов натрия.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб по ГОСТ 23268.0—78.

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

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении ионов натрия в виде малорастворимой тройной соли натрий—цинк—уранилацетата. Метод позволяет определять от 1 до 8 мг ионов натрия в пробе.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 200, 500, 1000 $см^3$; цилиндры 10, 50, 1000 $см^3$.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Стаканы и колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82,

вместимостью: стаканы 20, 25, 50, 100 см³; колбы конические 250 см³.

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

Палочки стеклянные с оплавленным концом.

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

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Насос стеклянный водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 19814—74.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Эфир диэтиловый.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Уранил уксуснокислый.

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

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление осаждающего раствора*

10 г уксуснокислого уранила взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, при нагревании растворяют в 54 см³ дистиллированной воды, содержащей 1,7 см³ ледяной уксусной кислоты. 30 г уксуснокислого цинка взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, при нагревании растворяют в 52 см³ дистиллированной воды, содержащей 1 см³ ледяной уксусной кислоты. Оба раствора смешивают, прибавляют от 10 до 20 мг хлористого натрия, оставляют на 24 ч, после чего фильтруют.

2.3.2. *Приготовление насыщенного спиртового раствора натрий—цинк—уранилацетата*

К 1000 см³ спирта прибавляют от 0,7 до 1 г натрий—цинк—уранилацетата, взбалтывают смесь в течение 1 ч, оставляют на сутки и фильтруют через сухой бумажный фильтр.

2.3.3. *Подготовка фильтрующих тиглей*

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

2.3.4. *Подготовка пробы*

Минеральную воду упаривают или разбавляют дистиллированной водой так, чтобы 1 см³ пробы содержал от 1 до 8 мг ионов натрия.

2.4. Проведение анализа

В стакан вместимостью 20—25 см³ вносят 1 см³ подготовленной пробы с содержанием от 1 до 8 мг ионов натрия. К пробе приливают 10 см³ осаждающего раствора, перемешивая стеклянной палочкой. Через 1 ч содержимое стаканчика переносят во взвешенный стеклянный фильтр и фильтруют при помощи водоструйного насоса. Осадок на фильтре промывают сначала осаждающим раствором, а затем спиртом, насыщенным тройной солью натрий — цинк—уранилацетата, приливая растворы 4—5 раз порциями по 2 см³. Промытый осадок смачивают несколькими каплями эфира, через 10—15 мин выключают водоструйный насос, фильтр с осадком переносят в эксикатор с хлористым кальцием и через 1 ч взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 0,01495 \cdot 1000}{V},$$

где m — масса осадка, г;

0,01495 — коэффициент пересчета на натрий;

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. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на способности ионов натрия образовывать цветное соединение с МИО-АНИБЕСКом.

Метод позволяет определять от $5 \cdot 10^{-3}$ до $2 \cdot 10^{-2}$ мг ионов натрия в 1 см³ пробы.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр.

Кюветы с толщиной слоя 10 мм.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Пробирки кварцевые с притертыми пробками вместимостью 20—25 см³.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 2, 5 см³; пипетки 1, 2, 5, 10 см³.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74,

вместимостью: колбы 50, 100, 250, 500, 1000 см³; цилиндры 10 см³.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336—82.

МИО-АНИБЕСК (5-нитро-2[(3-метил-5-оксоизоксазол-4-ил)-азо]-бензолсульфокислоты калиевая соль).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Тетраметиламмония гидроокись.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора хлористого натрия*

Основной стандартный раствор готовят из хлористого натрия по ГОСТ 4212—76.

1 мл раствора содержит 1 мг ионов натрия.

3.3.2. *Приготовление рабочих стандартных растворов хлористого натрия*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят 0,5 (раствор № 1); 1,0 (раствор № 2); (раствор № 3); 2,0 (раствор № 4) см³ основного стандартного раствора и доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки. В 1 см³ раствора № 1 содержится 0,005 мг; раствора № 2—0,010 мг; раствора № 3—0,015 мг; раствора № 4—0,020 мг ионов натрия.

3.3.3. *Приготовление 0,17%-ного раствора МИО-АНИБЕСКа*

0,0170 г МИО-АНИБЕСКа взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и растворяют в 10 см³ дистиллированной воды.

3.3.4. *Приготовление водно-ацетонового раствора МИО-АНИБЕСКа*

В сухую колбу вместимостью 100 см³ с притертой пробкой отмеривают 2 см³ раствора МИО-АНАБЕСКа, приготовленного по п. 3.3.3, доливают ацетон до метки, плотно закрывают и перемешивают.

Раствор готовят в день проведения анализа.

3.3.5. *Приготовление рабочего раствора гидроокиси тетраметиламмония*

В кварцевую пробирку с притертой пробкой отмеривают 9,8 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,2 см³ профильтрованной 20 %-ной гидроокиси тетраметиламмония, закрывают пробкой и перемешивают.

3.3.6. *Подготовка пробы*

Минеральную воду разбавляют дистиллированной водой так, чтобы в 1 см³ пробы содержалось от 0,005 до 0,02 мг ионов натрия.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Пипеткой вместимостью 2 см³ вносят в сухую кварцевую

пробирку 1 см³ подготовленной пробы, добавляют 0,1 см³ рабочего раствора гидроокиси тетраметиламмония, приливают 8,9 см³ водно-ацетонового раствора МИО-АНИБЕСКа, используя пипетку вместимостью 10 см³, плотно закрывают пробирку пробкой и содержимое перемешивают.

Оптическую плотность измеряют на ФЭКе с зеленым светофильтром ($\Delta_{опт}$ при λ 520 нм) в закрытой кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 мм по отношению к дистиллированной воде.

Массовую концентрацию ионов натрия определяют по градуировочному графику, построенному в день проведения анализа.

3.4.2. *Построение градуировочного графика*

В сухие кварцевые пробирки вносят по 1 см³ рабочих стандартных растворов хлористого натрия № 1—4 с массовой концентрацией 0,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мг/дм³ ионов натрия, добавляют по 0,1 см³ рабочего раствора гидроокиси тетраметиламмония, приливают по 8,9 см³ водно-ацетонового раствора МИО-АНИБЕСКа, используя пипетку вместимостью 10 см³, плотно закрывают пробирку пробкой и содержимое перемешивают. Оптическую плотность эталонных образцов определяют по п. 3.4.1.

На основе полученных данных строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации ионов натрия.

Для его построения на миллиметровой бумаге откладывают по оси абсцисс массовую концентрацию ионов натрия в эталонных растворах, в мг/дм³, а по оси ординат — величины их оптических плотностей.

3.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию ионов натрия (X_1), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_1 = C \frac{V_1}{V_2},$$

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

V_1 — объем, до которого разбавлена проба, см³;

V_2 — объем исследуемой воды, взятый на анализ, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 %.

4. ПЛАМЕННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на способности возбужденных ионов испускать характерное излучение, интенсивность которого пропорциональна

содержанию ионов натрия. Метод позволяет определять без разведения от 1 до 100 мг/дм³ ионов натрия.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотометр пламенный.

Светофильтр на натрий.

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

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

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора хлористого натрия*

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

4.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора хлористого натрия*

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

4.3.4. *Подготовка пробы*

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

4.4. Проведение анализа

Измерения проводят на пламенном фотометре в пламени пропан-бутан-воздух. Для ионов натрия характерна спектральная линия с длиной волны 589 нм.

4.5. Построение градуировочного графика

Готовят эталонные растворы с массовой концентрацией ионов натрия 0,0; 1,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0; 60,0; 70,0; 80,0; 90,0 и 100,0 мг/дм³. Для этого 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 и 100,0 см³ стандартного рабочего раствора хлористого натрия и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Измерения проводят на пламенном фотометре, вначале анализируя дистиллированную воду, затем эталонные растворы в порядке возрастания содержания в них ионов натрия, а далее эталонные растворы — в обратной последовательности.

После каждого замера распыляют дистиллированную воду. Вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого эталонного раствора и строят градуировоч-

ный график, откладывая на оси ординат значения интенсивности излучения, а на оси абсцисс — массовую концентрацию ионов натрия в мг/дм^3.

4.6. Обработка результатов

Массовую концентрацию ионов натрия (X_2), мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V_1}{V_2},$$

где C — количество натрия, найденное по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем до которого разбавлена проба, см^3;

V_2 — объем воды, взятый для разбавления, см^3.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 14 %.

gost.e-ecolog.ru