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 кальция и магния

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

ГОСТ 23268.5—78*

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2409 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 титриметрический метод определения ионов кальция и магния; потенциометрический метод определения ионов кальция и атомно-абсорбционный метод определения ионов магния.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения ионов кальция и магния должен быть не менее 250 см^3.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ КАЛЬЦИЯ

2.1.а. Сущность метода

Метод основан на способности комплексона III образовывать в щелочной среде в интервале pH 12—13 комплексные соединения с ионами кальция.

Метод позволяет определять от 1 мг ионов кальция в пробе.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание сентябрь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1983 г.; Пост. № 2001 от 21.04.83 (ИУС № 8—1983 г.)*

gost.e-ecolog.ru

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Бюретки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10, 25 см³.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50 см³.

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

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 см³.

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

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Стекло часовое.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота соляная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51.

Кислота кальконкарбоновая.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Комплексон III фиксанал, 0,1 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление 0,1 н. раствора комплексона III*

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

2.2.2. *Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты*

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

2.2.3. *Приготовление индикатора метилового красного*

0,1 г метилового красного взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 100 см³ горячей дистиллированной воды.

2.2.4. *Приготовление 2 н. раствора гидроокиси натрия*

80 г гидроокиси натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, охлаждают до температуры 20 °С и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

2.2.5. *Приготовление раствора гидроксиламина*

4,5 г гидрохлорид гидроксиламина взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 100 см³ этилового спирта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.6. *Приготовление 0,025%-ного раствора кальконкарбоновой кислоты*

0,025 г кальконкарбоновой кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и растворяют в 100 см³ водно-глицериновой смеси 1:1.

2.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают от 10 до 100 см³ минеральной воды, разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, нейтрализуют 0,1 н. раствором соляной кислоты по индикатору метиловому красному до розового окрашивания раствора, добавляют еще 1 см³ соляной кислоты, кипятят 5 мин с обратным холодильником для удаления двуокиси углерода (холодильник можно заменить перевернутой воронкой). Раствор охлаждают до температуры 20°С. Добавляя 2 см³ 2н. раствора гидроокиси натрия, устанавливают pH от 12 до 13. В качестве индикатора вводят 1 см³ раствора кальконкарбоновой кислоты и пробу медленно титруют 0,1 н. раствором комплексона III до изменения цвета раствора из вишневого в синий.

При определении ионов кальция в железистых минеральных водах железо маскируют 2—3 каплями раствора гидроксиламина.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V_1 \cdot н \cdot 20{,}04 \cdot 1000}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование, см³;

$н$ — нормальность раствора комплексона III;

20,04 — грамм-эквивалент иона кальция;

V_2 — объем воды, взятый на анализ, см³.

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

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ МАГНИЯ

3.1.а. Сущность метода

Метод основан на способности комплексона III образовывать в щелочной среде при pH 10 комплексные соединения с ионами кальция и магния.

Метод позволяет определять от 1 мг ионов магния в пробе.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Бюретки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10, 25 см³.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 5, 10, 15, 20, 25, 50 см³.

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100, 250 см³.

Колбы по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 250 см³.

Ступка фарфоровая.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Бумага индикаторная универсальная.

Комплексон III фиксанал, 0,1 н. раствор.

Эриохром черный Т.

Хром темно-синий кислотный.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление 0,1 н. раствора комплексона III из фиксанала — по п. 2.2.1*

3.2.2. *Приготовление индикатора*

0,5 г индикатора эриохрома черного Т или кислотного хрома темно-синего взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, смешивают со 100 г хлористого натрия и тщательно растирают смесь в фарфоровой ступке.

3.2.3. *Приготовление аммиачного буферного раствора*

10 г хлористого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 50 см³ 25%-ного раствора аммиака и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. pH приготовленного раствора 10. Хранят раствор в плотно закрытой склянке.

3.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают от 25 до 50 см³ минеральной воды, разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, устанавливают pH 10, добавляя 5 см³ аммиачного буферного раствора, вводят несколько крупинок индикатора и титруют пробу 0,1 н. раствором комплексона III до изменения цвета раствора из вишнево-красного в синий.

3.4. Обработка результатов

Массовую концентрацию ионов магния (X_1), мг/дм³ вычисляют

по разности объемов комплексона III, израсходованных на титрование суммы ионов кальция и магния и отдельно ионов кальция в одинаковых объемах по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)н \cdot 12,16 \cdot 1000}{V_3},$$

где V_1 — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование суммы ионов кальция и магния, см³;

V_2 — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование ионов кальция, см³;

$н$ — нормальность раствора комплексона III;

12,16 — грамм-эквивалент магния;

V_3 — объем воды, взятый на анализ, см³.

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

4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ КАЛЬЦИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на прямом определении ионов кальция с использованием ионоселективного кальциевого электрода. Метод позволяет определять ионы кальция при содержании их от 4 до 100 мг в пробе с относительной ошибкой 15%.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

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

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

Электрод «Квант» ионоселективный кальциевый.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Шкаф сушильный.

Секундомер.

Стаканы лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500 см³.

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

Цилиндры мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³ (исполнения 2 или 4).

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 5, 10, 25 см³.

Палочки стеклянные.

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

Бутыль полиэтиленовая.

Анионит АВ-17 по ГОСТ 20301—74.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Бумага индикаторная универсальная.

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

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора хлористого кальция*

Углекислый кальций прокаливают в сушильном шкафу при температуре (110±2) °С до постоянной массы. 10,000 г прокаленного углекислого кальция взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более ±0,0002 г.

Навеску переносят в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 216 см³ 1М раствора соляной кислоты, затем содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой и после растворения соли раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Полученный раствор хранят в полиэтиленовой бутыли.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г-молей хлористого кальция.

4.3.2. *Приготовление 0,001 М раствора хлористого кальция.*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ приливают 1 см³ основного стандартного раствора, отмеренного пипеткой вместимостью 1 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

1 см³ раствора содержит $1 \cdot 10^{-6}$ г-молей хлористого кальция.

4.3.3. *Приготовление буферного раствора*

136,00 г трехводного уксуснокислого натрия взвешивают на технических весах с погрешностью не более ±0,01 г. Навеску помещают в колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 100 —150 см³ дистиллированной воды и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

4.3.4. *Подготовка прибора к испытанию*

Новый измерительный ионоселективный кальциевый электрод перед работой выдерживают в основном стандартном растворе не менее 24 ч. Перед началом работы ионоселективный электрод присоединяют к клемме прибора для измерения величины потенциала «Изм.», промывают дистиллированной водой, а остатки воды с электрода удаляют фильтровальной бумагой. В качестве электрода сравнения используют хлорсеребряный электрод.

По окончании работы ионоселективный электрод и наконечник электролитического ключа обмывают дистиллированной водой.

Между анализами ионоселективный кальциевый электрод хранят в стаканчике с 0,001 М раствором хлористого кальция.

4.3.5. *Подготовка анионита — по ГОСТ 10896—78.*

4.4. Проведение анализа

На характер градуировочного графика влияют ионная сила

раствора и присутствующие в воде гидрокарбонат-ионы. Влияние ионной силы устраняют добавлением буферного раствора. Для устранения влияния гидрокарбонат-ионов анализируемую воду пропускают через колонку, наполненную ионообменной смолой марки АВ-17 в Cl—форме. Первые 10—20 см³ фильтрата для анализа не используют.

В мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 см³ отмеривают пипетками от 5 до 25 см³ фильтрата для того, чтобы в отобранной пробе содержалось от 4 до 100 мг ионов кальция, пробу фильтрата разбавляют дистиллированной водой до 25 см³ и добавляют 25 см³ буферного раствора. Раствор перемешивают. Подготовленную пробу используют для трех параллельных измерений. Для этого в стаканчик вместимостью 50 см³ отливают около одной трети полученного раствора, погружают в него ионоселективный кальциевый электрод и наконечник электролитического ключа. Потенциал электрода измеряют при помощи прибора для измерения величины потенциала. Показания прибора снимают через 30 с после погружения электрода.

4.4.1. *Построение градуировочного графика*

В мерные цилиндры с притертыми пробками вместимостью по 50 см³ каждый вносят при помощи пипеток вместимостью 1, 5, 10, 15, 25 см³ соответственно 1, 5, 10, 15, 25 см³ основного стандартного раствора и доводят растворы до 25 см³ дистиллированной водой. Полученные эталонные растворы содержат соответственно ионов кальция $1{,}0 \cdot 10^{-4}$ г·моль/дм³ (4,0 мг/дм³); $5{,}0 \cdot 10^{-4}$ г·моль/дм³ (20,0 мг/дм³); $1{,}0 \cdot 10^{-3}$ г·моль/дм³ (40,0 мг/дм³); $1{,}5 \cdot 10^{-3}$ г·моль/дм³ (60,0 мг/дм³); $2{,}5 \cdot 10^{-3}$ г·моль/дм³ (100 мг/дм³). Затем к эталонным растворам добавляют пипеткой вместимостью 25 см³ по 25 см³ буферного раствора. Растворы перемешивают и измеряют их потенциалы, как указано в п. 4.4. в порядке возрастания массовой концентрации ионов кальция в эталонных растворах.

На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости потенциала электрода, mV, от массовой концентрации ионов кальция. Для его построения на миллиметровой бумаге на оси абсцисс откладывают отрицательные логарифмы значений массовых концентраций ионов кальция в эталонных растворах, выраженные в г·моль/дм³, а на оси ординат — величины измеренных потенциалов.

Логарифмы значений массовых концентраций ионов кальция, г·моль/дм³, приведены в таблице. Градуировочный график проверяют ежедневно.

4.5. Обработка результатов

Отрицательный логарифм значения массовой концентрации ионов кальция (pC) находят по градуировочному графику, используя среднее арифметическое значение трех параллельных измере-

ний потенциала, проведенных из одной пробы. Массовую концентрацию ионов кальция (С) находят по таблице.

Соотношение между — lg$C$ (pC) и массовой концентрацией ионов кальция (C)

— lg, C (pC)	C, г·моль/дм³	C, мг/дм³
2,60	$2{,}51 \cdot 10^{-3}$	100,5
2,61	$2{,}46 \cdot 10^{-3}$	98,2
2,62	$2{,}40 \cdot 10^{-3}$	96,0
2,63	$2{,}34 \cdot 10^{-3}$	93,8
2,64	$2{,}30 \cdot 10^{-3}$	91,6
2,65	$2{,}24 \cdot 10^{-3}$	89,6
2,66	$2{,}19 \cdot 10^{-3}$	87,5
2,67	$2{,}14 \cdot 10^{-3}$	85,5
2,68	$2{,}09 \cdot 10^{-3}$	83,6
2,69	$2{,}04 \cdot 10^{-3}$	81,7
2,70	$1{,}99 \cdot 10^{-3}$	79,8
2,75	$1{,}80 \cdot 10^{-3}$	72,0
2,80	$1{,}60 \cdot 10^{-3}$	64,0
2,85	$1{,}40 \cdot 10^{-3}$	56,0
2,90	$1{,}30 \cdot 10^{-3}$	52,0
2,95	$1{,}10 \cdot 10^{-3}$	44,0
3,00	$1{,}00 \cdot 10^{-3}$	40,0
3,05	$9{,}00 \cdot 10^{-4}$	36,0
3,10	$8{,}00 \cdot 10^{-4}$	32,0
3,15	$7{,}00 \cdot 10^{-4}$	28,0
3,20	$6{,}30 \cdot 10^{-4}$	25,2
3,25	$5{,}60 \cdot 10^{-4}$	22,4
3,30	$5{,}00 \cdot 10^{-4}$	20,0
3,35	$4{,}50 \cdot 10^{-4}$	18,0
3,40	$4{,}00 \cdot 10^{-4}$	16,0
3,45	$3{,}50 \cdot 10^{-4}$	14,0
3,50	$3{,}20 \cdot 10^{-4}$	12,8
3,55	$2{,}80 \cdot 10^{-4}$	11,2
3,60	$2{,}50 \cdot 10^{-4}$	10,0
3,65	$2{,}20 \cdot 10^{-4}$	8,8
3,70	$2{,}00 \cdot 10^{-4}$	8,0
3,75	$1{,}80 \cdot 10^{-4}$	7,2
3,80	$1{,}60 \cdot 10^{-4}$	6,4
3,85	$1{,}40 \cdot 10^{-4}$	5,6
3,90	$1{,}30 \cdot 10^{-4}$	5,2
3,95	$1{,}10 \cdot 10^{-4}$	4,4
4,00	$1{,}00 \cdot 10^{-4}$	4,0

При составлении таблицы использована зависимость

$$C = 40 \cdot 10^{3-pC},$$

где C — массовая концентрация ионов кальция, г·моль/дм³,

40 — г·моль ионов кальция,

pC — отрицательный логарифм массовой концентрации ионов кальция, выраженной в г·моль/дм³.

Если при подготовке пробы к анализу минеральную воду раз-

бавляют дистиллированной водой, то содержание ионов кальция (X_2), мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C_1 V}{V_1},$$

где C_1 — массовая концентрация ионов кальция в разбавленной пробе, мг/дм³,

V — объем разбавленного раствора, см³,

V_1 — объем минеральной воды, взятый на анализ, см³.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ МАГНИЯ

5.1. Сущность метода

Метод основан на переводе части образца в атомный пар и измерении поглощения этим паром излучения, характеристического для атомов магния.

Метод позволяет определять от 0,5 до 10 мкг/см³ ионов магния (после разведения) с относительной ошибкой 1—3%.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

5.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрофотометр абсорбционный с магниевой лампой с полым катодом.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Печь муфельная.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная беззольная по ГОСТ 12026—76 «Красная лента».

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25, 50, 100, 1000 см³.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 см³

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

Стаканы лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50, 100, 2000 см³.

Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147—80.

Чашки выпарные по ГОСТ 9147—80.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Магний углекислый основной водный по ГОСТ 6419—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Лактан хлористый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага индикаторная универсальная.

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

5.3. Подготовка к анализу

5.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора хлористого магния.*

Углекислый магний прокаливают в сушильном шкафу при температуре (110±2) °С до постоянной массы 1,7500 г высушенного углекислого магния взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более ±0,0002 г. Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают 15 см³ концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см³), перемешивают и после полного растворения соли разбавляют до метки дистиллированной водой.

1 см³ раствора содержит 1 мг ионов магния.

5.3.2. *Приготовление промежуточного стандартного раствора хлористого магния*

В колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см³ отбирают при помощи пипетки вместимостью 25 см³ 25 см³ основного стандартного раствора хлористого магния, приливают при помощи пипетки вместимостью 10 см³ 8,5 см³ концентрированной соляной кислоты и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

1 см³ рабочего стандартного раствора содержит 50 мкг ионов магния.

5.3.3. *Приготовление раствора хлористого лантана*

Раствор готовят из оксида лантана (La_2O_3), полученного из любой соли лантана следующим образом: 100 г соли лантана (например хлористого лантана) взвешивают на технических весах с погрешностью не более ±0,01 г, переносят в стакан вместимостью 2 дм³, добавляют 50 см³ концентрированной соляной кислоты и раствор нагревают почти до кипения. В горячий раствор приливают небольшими порциями концентрированный аммиак до pH 9, выдерживают на теплой электроплитке до коагуляции осадка и отфильтровывают гидроокись лантана через фильтр «Красная лента». Осадок промывают горячей водой, высушивают на воздухе, собирают с фильтра и прокаливают в фарфоровой чашке при 1000 °С до постоянной массы.

58 г полученного гидроксида лантана переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 100 см³ концентрированной соляной кислоты, и полученный раствор разбавляют дистиллированной водой до метки.

1 см³ раствора содержит 50 мг ионов лантана.

5.3.4. *Приготовление рабочих стандартных растворов хлористого магния*

В колбы с притертыми пробками вместимостью 100 см³ отмеряют при помощи пипеток вместимостью 1, 5, 10 см³ соответственно по 0,00 см³ — нулевой раствор; 0,50 см³ — (раствор № 1);

1,00 см³ — (раствор № 2); 2,00 см³ — (раствор № 3); 4,00 см³ — (раствор № 4); 6,00 см³ — (раствор № 5); 8,00 см³ — (раствор № 6) и 10,00 см³ (раствор № 7) промежуточного стандартного раствора хлористого магния, приготовленного как указано в п. 5.3.2, вносят при помощи пипетки вместимостью 2 см³ соответственно по 1,80; 1,80; 1,75; 1,70; 1,70; 1,65; 1,60 см³ концентрированной соляной кислоты и затем вносят при помощи пипетки вместимостью 10 см³ соответственно по 10 см³ раствора хлористого лантана, приготовленного по п. 5.3.4, разбавляют растворы до меток дистиллированной водой, закрывают пробками и перемешивают.

Полученные рабочие стандартные растворы содержат в 1 см³ ионов магния — раствор № 1 — 0,25 мкг; раствор № 2 — 0,50 мкг; раствор № 3 — 1,0 мкг; раствор № 4 — 2 мкг; раствор № 5 — 3 мкг; раствор № 6 — 4 мкг; раствор № 7 — 5 мкг.

5.3.5. *Подготовка пробы*

В 1 см³ пробы должно содержаться не более 6 мкг магния.

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 25 см³ вносят при помощи пипетки вместимостью 1,0 см³ 2% по объему концентрированной соляной кислоты, вносят при помощи пипетки вместимостью 5 см³ 2,5 см³ раствора хлористого лантана и аликвоту минеральной воды. Раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой, закрывают пробкой и перемешивают. Параллельно готовят холостой раствор.

5.3.6. *Приготовление холостого раствора*

В мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят при помощи пипетки вместимостью 1,0 см³ 2% по объему концентрированной соляной кислоты, при помощи пипетки вместимостью 5 см³ вносят 2,5 см³ раствора хлористого лантана и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее перемешивают.

5.4. Проведение анализа

Определение магния проводят по резонансной линии 285,6 нм в воздушно-ацетиленовом пламени.

Проводят примерную оценку концентрации магния в растворе, сравнивая анализируемый раствор с одним из рабочих стандартных растворов, приготовленных по п. 5.3.4.

Из серии рабочих стандартных растворов, приготовленных по п. 5.3.4, выбирают три-четыре раствора, близких по концентрации к анализируемому, и нулевой раствор. Устанавливают чувствительность прибора, оптимальную для этих растворов.

Фотометрируют отобранную группу стандартных растворов, анализируемый и холостой растворы. Затем повторяют измерения в обратной последовательности. Вычисляют среднее арифметическое значение величины, регистрируемой прибором, для каж-

дого рабочего стандартного, анализируемого и холостого растворов.

Градуировочный график строят по полученным данным для стандартных рабочих растворов, откладывая на оси ординат показания регистрирующего прибора, с вычетом показаний для нулевого раствора, а на оси абсцисс массовую концентрацию ионов магния в мкг/см^3.

5.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию магния (C_3), мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_3},$$

где C_2 — массовая концентрация магния, найденная по градуировочному графику с учетом холостого раствора, мкг/см^3,

V_2 — объем, до которого разбавлена аликвота минеральной воды, см^3,

V_3 — объем минеральной воды, взятый для разбавления, см^3.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1—3% отн.

Разд. 4, 5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

Группа Р19

Изменение № 2 ГОСТ 23268.5—78 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения ионов кальция и магния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.07.86 № 2051 срок введения установлен

с 01.01.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 9109.

Пункт 1.2 изложить в новой редакции: «1.2. Объем минеральной воды, отобранный для определения ионов кальция и магния, должен быть не менее 250 $см^3$».

Пункт 2.1а. Заменить слова: «Метод позволяет определять от 1 мг ионов кальция в пробе» на «Метод позволяет определять более 1 мг ионов кальция в пробе с пределом погрешности измерений $\pm 0{,}02$ мг при числе определений $n=5$ с доверительной вероятностью $P=0{,}95$».

Пункты 2.1, 3.1, 4.2, 5.2. Заменить слова: «Весы лабораторные аналитические» на «Весы лабораторные не ниже второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104—80 или другие весы, обеспечивающие необходимую точность взвешивания», «Весы технические типа ВЛТ-200» на «Весы лабораторные не ниже четвертого класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 500 г по ГОСТ 24104—80 или другие весы, обеспечивающие необходимую точность взвешивания».

Пункт 2.1 перед словами «Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82» дополнить абзацем: «Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83»;

после слов «Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82» дополнить абзацами: «Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147—80.

Шпатель»;

исключить слова: «Аммиак водный по ГОСТ 3760—64»;

заменить слова и ссылку: «Кислота соляная фиксанал, 0,1 н. раствор» на «Кислота соляная фиксанал, раствор концентрацией 0,1 моль/$дм^3$», «Комплексон III фиксанал, 0,1 н. раствор» на «Комплексон III фиксанал, раствор концентрацией 0,05 моль/$дм^3$», ГОСТ 5456—65 на ГОСТ 5456—79;

после слов «Глицерин по ГОСТ 6259—75» дополнить абзацами: «Мурексид.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77».

Пункты 2.2.1, 2.2.2, 3.2.1. Исключить значение: 0,1 н.

Пункт 2.2.1 дополнить словами: «концентрацией 0,05 моль/дм³».

Пункт 2.2.2 дополнить словами: «концентрацией 0,1 моль/дм³».

Пункт 2.2.4. Исключить значение: 2 н.; дополнить словами: «концентрацией 2 моль/дм³».

Пункт 2.2.6. Заменить слова: «0,025 %-ного раствора кальконкарбоновой кислоты» на «раствора с массовой долей кальконкарбоновой кислоты 0,025 %».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.2.7: «2.2.7. *Приготовление индикатора мурексида*

0,1—0,2 г индикатора мурексида смешивают с 10 г хлористого натрия и тщательно растирают смесь в фарфоровой ступке».

Пункт 2.3. Заменить слова: «0,1 н. раствором соляной кислоты» на «раствором соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³», «2 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия концентрацией 2 моль/дм³», «0,1 н. раствором комплексона III» на «раствором комплексона III концентрацией 0,05 моль/дм³»;

дополнить абзацем: «При использовании мурексида в качестве индикатора в обработанную по ранее описанной методике пробу вводят на кончике шпателя индикатор, приготовленный по п. 2.2.7, и пробу медленно титруют раствором комплексона III концентрацией 0,05 моль/дм³ до изменения цвета раствора из малинового в красно-фиолетовый».

Пункт 2.4. Второй абзац. Заменить единицу: мг/л на мг/дм³;

формула. Заменить обозначение и значения: *н* на *М*, 20,04 на 40,08;

экспликация. Заменить слова: «*н* — нормальность» на «*М* — молярная концентрация»; «20,04 — грамм-эквивалент иона кальция» на «40,08 — молярная масса иона кальция, г/моль».

Пункты 2.4, 3.4. Последний абзац после слова «результат» дополнить словом: «анализа»; после слова «арифметическое» дополнить словом: «результатов»; после слова «определений» дополнить словом: «относительные».

Пункт 3.1а. Последний абзац дополнить словами: «с пределом погрешности измерений $\pm 0{,}02$ мг при числе определений $n=5$ с доверительной вероятностью $P=0{,}95$».

Пункт 3.1 после слов «Ступка фарфоровая» дополнить словами: «по ГОСТ 9147—80»;

заменить слова и ссылку: «0,1 н. раствор» на «раствор концентрацией 0,1 моль/дм³», ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79.

Пункт 3.2.1 после слов «комплексона III» дополнить словами: «концентрацией 0,05 моль/дм³».

Пункт 3.2.3. Заменить слова: «25 %-ного раствора аммиака» на «раствора с массовой долей аммиака 25 %».

Пункт 3.3. Заменить слова: «0,1 н. раствором комплексона III» на «раствором комплексона III концентрацией 0,05 моль/дм³».

Пункт 3.4. Второй абзац. Заменить единицу: мг/л на мг/дм³;

формула. Заменить обозначение и значение: *н* на *М;* 12,16 на 24,32;

экспликация. Заменить слова: «*н*—нормальность» на «*М*—молярная концентрация»; «12,16—грамм-эквивалент магния» на «24,32—молярная масса иона магния, г/моль».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Сущность метода

Метод основан на прямом определении ионов кальция с использованием ионоселективного кальциевого электрода.

Метод позволяет определять от 4 до 100 мг ионов кальция в пробе. В диапазоне 4—20 мг — с пределом погрешности измерений $^{+3,0}_{-0,6}$ мг; в диапазоне 20—100 мг — с пределом погрешности измерений $^{+10,0}_{-3,0}$ мг при числе определений $n=5$ с доверительной вероятностью $P=0{,}95$».

Пункт 4.2 после слова «Секундомер» дополнить словами: «механический по ГОСТ 5072—79»

(Продолжение см. с. 294)

Пункт 4.3.1. Второй абзац. Исключить слова: «на аналитических весах»;

третий абзац. Заменить слова: «1 М раствора соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты концентрацией 1 моль/дм³»;

четвертый абзац. Заменить единицу: г·молей на молей.

Пункт 4.3.2. Первый абзац. Исключить значение: 0,001 М; дополнить словами: «концентрацией 0,001 моль/дм³»;

третий абзац. Заменить единицу: г·молей на молей.

Пункт 4.3.3. Второй абзац. Исключить слова: «на технических весах».

Пункт 4.3.4. Четвертый абзац. Исключить значение: 0,001 М; дополнить словами: «концентрацией 0,001 моль/дм³».

Пункт 4.4.1. Заменить единицу: г·моль/дм³ на моль/дм³ (5 раз);

исключить слова: «массовой» (4 раза).

Пункт 4.5. Исключить слово: «массовой»;

третий абзац. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции:

«C — концентрация ионов кальция, моль/дм³;

40 — молярная масса иона кальция, г/моль;

pC — отрицательный логарифм концентрации ионов кальция, выраженной в моль/дм³»;

четвертый абзац. Заменить слово: «содержание» на «массовую концентрацию».

Пункт 5.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «Метод позволяет определять от 12,5 до 250 м/см³ ионов магния в пробе (после ее разведения) с пределом погрешности измерений $^{+2,5}_{-0,38}$ мкг при числе определений $n=5$ с доверительной вероятностью $P=0,95$».

Пункт 5.2. Шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 306—76 на ГОСТ 14919—83;

девятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Лантан хлористый или другая соль лантана».

Пункт 5.3.1. Исключить слова: «на аналитических весах».

Пункт 5.3.3. Исключить слова: «на технических весах».

Пункт 5.5 после слова «определений» дополнить словом: «относительные»; заменить значение: 1—3 % отн. на 3 %.

(ИУС № 10 1986 г.)

gost.e-ecolog.ru