УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Методы определения йодид-ионов

ГОСТ 23268.16—78

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

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2418 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 йодид-ионов.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения йодид-ионов — не менее 250 $см^3$.

2. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении бромом йодид-ионов до йодат-ионов с последующим йодометрическим определением йодат-ионов.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества минеральной воды.

Чувствительность метода составляет от 0,02 до 2 мг йодид-ионов в пробе.

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Часы песочные по ГОСТ 10576—74 на 10 мин.
Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.
Баня водяная.
Стекло часовое.
Склянка из темного стекла с притертой пробкой.
Капельницы по ГОСТ 25336—82.
Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.
Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 $см^3$.
Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 10, 100, 200, 1000 $см^3$.
Чашки выпарительные по ГОСТ 9147—80.
Бюретки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10, 25 $см^3$.
Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 $см^3$.
Стаканы и колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50, 100, 250 $см^3$.
Бром по ГОСТ 4109—79.
Фенол по ГОСТ 6417—72.
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Натрий серноватистокислый фиксанал, 0,1 н. раствор.
Кислота салициловая.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.
Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление бромной воды.*

В склянку из темного стекла с притертой пробкой отмеривают 100 $см^3$ дистиллированной воды и приливают около 2 $см^3$ брома. Склянку плотно закрывают пробкой и оставляют на сутки для насыщения. На дне склянки должен быть нерастворившийся бром. Приготовленный реактив хранят под тягой в холодном месте.

2.3.2. *Приготовление 5%-ного раствора фенола*

5 г кристаллического фенола взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

2.3.3. *Приготовление 0,6%-ного раствора йодистого калия*

0,6 г йодистого калия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

2.3.4. *Приготовление 5%-ного раствора серной кислоты*

30 $см^3$ концентрированной серной кислоты осторожно приливают к 1000 $см^3$ дистиллированной воды.

2.3.5. *Приготовление 0,1 н. серноватистокислого натрия*

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и объем раствора доводят этой же водой до метки.

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

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

2.3.7. *Приготовление 1%-ного раствора крахмала*

1 г растворимого крахмала размешивают в небольшом количестве холодной дистиллированной воды и постепенно вливают в 100 см³ кипящей дистиллированной воды. По охлаждении раствор фильтруют и хранят в закрытой склянке.

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

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

2.3.9. *Приготовление 1%-ного спиртового раствора салициловой кислоты*

1 г салициловой кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 122 см³ этилового спирта.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают от 10 до 100 см³ анализируемой воды так, чтобы в ней содержалось от 0,02 до 2 мг йодид-ионов и доводят объем пробы дистиллированной водой до 100 см³.

К пробе приливают 2 капли раствора метилового оранжевого, осторожно титруют 5%-ным раствором серной кислоты до изменения цвета раствора в розовый и добавляют еще 2 см³ титранта. Затем порциями по 20—25 капель приливают бромную воду до окрашивания раствора в желтый цвет, обусловленного избытком бромной воды. Для удаления избытка брома колбу с раствором помещают на водяную баню и нагревают под тягой до тех пор, пока раствор не примет слабо-соломенный цвет.

Раствор обесцвечивают добавлением нескольких капель 5%-ного раствора фенола или 1%-ного спиртового раствора салициловой кислоты.

После охлаждения раствора до комнатной температуры его объем доводят дистиллированной водой до 100 см³. К раствору прибавляют 1 см³ 0,6%-ного раствора йодистого калия, накрывают колбу часовым стеклом и ставят в темное место на 10 мин. Выделившийся йод оттитровывают 0,01 н. раствором серноватистокислого натрия, используя в качестве индикатора раствор крах-

мала. Параллельно те же операции проводят с контрольной пробой дистиллированной воды, не содержащей йодид-ионов.

2.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию йодид-ионов (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot н \cdot 21{,}15 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование исследуемой пробы, см³;

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

$н$ — нормальность раствора серноватистокислого натрия;

21,15 — г-эквив. йодид-ионов в этой реакции;

V — объем воды, взятый на анализ, см³.

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

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Предназначен для определения йодид-ионов при их содержании в минеральных водах до 5 мг/дм³.

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении йодид-ионов азотистой кислотой до свободного йода с последующей экстракцией свободного йода хлороформом. Метод позволяет определять от 0,05 до 0,5 мг йодид-ионов в пробе.

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Часы песочные по ГОСТ 10576—74 на 1, 2, 3 мин.

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

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

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

Воронки делительные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 150, 200 см³.

Пробирки стеклянные с притертой пробкой по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10 см³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Хлороформ.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

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 раствора серной кислоты 1:1*

50 см³ концентрированной серной кислоты осторожно приливают к 50 см³ дистиллированной воды.

3.3.2. *Приготовление основного стандартного раствора йодистого калия — по ГОСТ 4212—76*

3.3.3. Рабочий стандартный раствор йодистого калия готовят разбавлением основного стандартного раствора в 100 раз.

1 см³ раствора содержит 0,01 мг йодид-ионов.

3.4. Проведение анализа

В делительную воронку вместимостью 150—200 см³ отмеривают 100 см³ анализируемой воды, прибавляют 2 см³ серной кислоты 1:1 и несколько кристалликов азотистокислого натрия. Содержимое перемешивают и оставляют на 2—3 мин. Затем добавляют 2 см³ хлороформа и смесь энергично встряхивают.

После расслоения жидкости хлороформенную вытяжку сливают в пробирку с притертой пробкой и снова экстрагируют, добавив 2 см³ хлороформа. Экстракцию повторяют до тех пор, пока *хлороформенная вытяжка не станет бесцветной.* Объем собранных хлороформенных вытяжек доводят хлороформом до 10 см³.

Одновременно готовят эталонные растворы с содержанием йодид-ионов 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мг/ дм³, для чего в каждую делительную воронку соответственно приливают по 0,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 и 50,0 см³ рабочего стандартного раствора йодистого калия и дистиллированной воды до 100 см³.

Эталонные растворы обрабатывают так же, как и анализируемую воду. Сравнивают интенсивность цвета хлороформенной вытяжки из анализируемой воды с интенсивностью цвета хлороформенных вытяжек из эталонных растворов.

3.5. Обработка результатов

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

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

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

V_2 — объем колориметрируемой пробы, см³;

V_1 — объем воды, взятый на анализ, см³.

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

gost.e-ecolog.ru