

**ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ,  
ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ****Метод определения сульфат-ионов**

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

**ГОСТ  
23268.4-78**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября  
1978 г. № 2408 срок введения 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 сульфат-ионов.

Метод основан на образовании в кислой среде практически нерастворимого сернокислого бария. Определение проводят титрованием пробы воды водорастворимыми солями бария в присутствии индикаторов нитхромазо или хлорфосфоназо.

Метод позволяет определять от 0,2 мг сульфат-ионов в пробе.

**1. ОТБОР ПРОБ**

1.1. Отбор проб по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения сульфат-ионов должен быть не менее 150 см<sup>3</sup>.

**2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ**

2.1. Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 10, 25 см<sup>3</sup>; пипетки 1, 2, 5, 10, 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 200, 250 см<sup>3</sup>.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>; цилиндры 50, 100 см<sup>3</sup>

Колонка для катионита, изготовленная из прямой стеклянной трубки диаметром 2,5 см, в нижней части которой имеется стеклянная фильтрующая пластина и кран. В качестве колонки можно использовать нижнюю часть бюретки вместимостью 100 см<sup>3</sup> со слоем фильтрующей стекловаты.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Барий азотнокислый по ГОСТ 3777—76.

Барий хлористый фиксагал, 0,1 н. раствор.

Нитхромазо.

Хлорфосфоназо.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Смолы ионообменные. Катионит КУ-2 по ГОСТ 20298—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная фиксагал, 0,1 н. раствор.

Бумага универсальная индикаторная.

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

### **3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ**

**3.1. Приготовление 0,02 н. раствора азотнокислого бария**

5,2268 г азотнокислого бария взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Дистиллированную воду предварительно кипятят для удаления двуокиси углерода.

**3.2. Приготовление 0,1 н. раствора хлористого бария**

Раствор готовят из фиксагала. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора хлористого бария количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Дистиллированную воду предварительно кипятят для удаления двуокиси углерода.

**3.3. Приготовление 0,02 н. раствора хлористого бария**

100 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора хлористого бария количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Дистиллированную воду предварительно кипятят для удаления двуокиси углерода.

**3.4. Приготовление 0,2%-ного водного раствора нитхромазо**

0,2 г нитхромазо взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.5. Приготовление 0,2%-ного водного раствора хлорфосфоназо

0,2 г хлорфосфоназо взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.6. Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты

Раствор готовят из фиксаля. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора соляной кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.7. Подготовка катионита КУ-2

Для регенерации катионита (перевода в Н<sup>+</sup>-форму) через колонку пропускают 0,1 н. раствор соляной кислоты до тех пор, пока рН выходящего раствора кислоты не будет равен рН исходного раствора.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализируемую воду пропускают через колонку, наполненную ионообменной смолой КУ-2 в Н<sup>+</sup>-форме. Первые 10—20 см<sup>3</sup> фильтрата для анализа не используют.

От 10 до 50 см<sup>3</sup> фильтрата с содержанием от 0,2 до 8 мг сульфат-иона помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Приливают равное количество спирта или ацетона, 2 капли 0,2%-ного раствора нитхромазо или хлорфосфоназо и оттитровывают 0,02 н. раствором азотнокислого или хлористого бария до изменения цвета раствора из фиолетового в голубой.

Титрование вначале проводят медленно, тщательно перемешивая, от первых капель титранта образуется синяя окраска раствора, сохраняющаяся в течение 30—40 с.

#### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую концентрацию сульфат-ионов ( $X$ ), в мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot n \cdot 48 \cdot 1000}{V_2},$$

где  $V_1$  — объем раствора титранта, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$n$  — нормальность раствора титранта;

48 — грамм-эквивалент сульфат-иона;

$V_2$  — объем воды, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2,5%.

---