

**ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ,  
ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ****Методы определения ионов кальция и магния****ГОСТ**

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

**23268.5—78\***

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября  
1978 г. № 2409 срок действия установлен

с 01.01.80до 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; потенциметрический 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<sup>3</sup>.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ КАЛЬЦИЯ****2.1.а. Сущность метода**

Метод основан на способности комплексона III образовывать в щелочной среде в интервале рН 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.)

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы  
Бюретки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10, 25 см<sup>3</sup>.  
Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>.

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

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 фиксаж, 0,1 н. раствор.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51.

Кислота кальконкарбоновая.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Комплексон III фиксаж, 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 фиксажа. Содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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 фиксажа. Содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> водно-глицериновой смеси 1:1.

### 2.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеривают от 10 до 100 см<sup>3</sup> минеральной воды, разбавляют дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют 0,1 н. раствором соляной кислоты по индикатору метиловому красному до розового окрашивания раствора, добавляют еще 1 см<sup>3</sup> соляной кислоты, кипятят 5 мин с обратным холодильником для удаления двуокси углерода (холодильник можно заменить перевернутой воронкой). Раствор охлаждают до температуры 20°C. Добавляя 2 см<sup>3</sup> 2н. раствора гидроксида натрия, устанавливают рН от 12 до 13. В качестве индикатора вводят 1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где  $V_1$  — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;

$n$  — нормальность раствора комплексона III;

20,04 — грамм-эквивалент иона кальция;

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

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 рН 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 см<sup>3</sup>.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 5, 10, 15, 20, 25, 50 см<sup>3</sup>.

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100, 250 см<sup>3</sup>.

Колбы по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 250 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 50 см<sup>3</sup> 25%-ного раствора аммиака и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. рН приготовленного раствора 10. Хранят раствор в плотно закрытой склянке.

3.3. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеривают от 25 до 50 см<sup>3</sup> минеральной воды, разбавляют дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>, устанавливают рН 10, добавляя 5 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> вычисляют

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

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

где  $V_1$  — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование суммы ионов кальция и магния, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора комплексона III, пошедший на титрование ионов кальция, см<sup>3</sup>;

$n$  — нормальность раствора комплексона III;

12,16 — грамм-эквивалент магния;

$V_3$  — объем воды, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

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 рН-метр-милливольтметр (рН-340, рН-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 см<sup>3</sup>.

Колбы конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 1000 см<sup>3</sup>.

Цилиндры мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см<sup>3</sup> (исполнения 2 или 4).

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 5, 10, 25 см<sup>3</sup>.

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  $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$  до постоянной массы. 10,000 г прокаленного углекислого кальция взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г.

Навеску переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют в 216 см<sup>3</sup> 1М раствора соляной кислоты, затем содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой и после растворения соли раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Полученный раствор хранят в полиэтиленовой бутылке.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают 1 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора, отмеренного пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

1 см<sup>3</sup> 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  $\pm 0,01$  г. Навеску помещают в колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 100—150 см<sup>3</sup> 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  $\text{Cl}^-$ -форме. Первые 10—20  $\text{см}^3$  фильтрата для анализа не используют.

В мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50  $\text{см}^3$  отмеривают пипетками от 5 до 25  $\text{см}^3$  фильтрата для того, чтобы в отобранной пробе содержалось от 4 до 100 мг ионов кальция, пробу фильтрата разбавляют дистиллированной водой до 25  $\text{см}^3$  и добавляют 25  $\text{см}^3$  буферного раствора. Раствор перемешивают. Подготовленную пробу используют для трех параллельных измерений. Для этого в стаканчик вместимостью 50  $\text{см}^3$  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  $\text{см}^3$  каждый вносят при помощи пипеток вместимостью 1, 5, 10, 15, 25  $\text{см}^3$  соответственно 1, 5, 10, 15, 25  $\text{см}^3$  основного стандартного раствора и доводят растворы до 25  $\text{см}^3$  дистиллированной водой. Полученные эталонные растворы содержат соответственно ионов кальция  $1,0 \cdot 10^{-4}$  г-моль/ $\text{дм}^3$  (4,0 мг/ $\text{дм}^3$ );  $5,0 \cdot 10^{-4}$  г-моль/ $\text{дм}^3$  (20,0 мг/ $\text{дм}^3$ );  $1,0 \cdot 10^{-3}$  г-моль/ $\text{дм}^3$  (40,0 мг/ $\text{дм}^3$ );  $1,5 \cdot 10^{-3}$  г-моль/ $\text{дм}^3$  (60,0 мг/ $\text{дм}^3$ );  $2,5 \cdot 10^{-3}$  г-моль/ $\text{дм}^3$  (100 мг/ $\text{дм}^3$ ). Затем к эталонным растворам добавляют пипеткой вместимостью 25  $\text{см}^3$  по 25  $\text{см}^3$  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/ $\text{дм}^3$ , а на оси ординат — величины измеренных потенциалов.

Логарифмы значений массовых концентраций ионов кальция, г-моль/ $\text{дм}^3$ , 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 ( $C$ ) находят по таблице.

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

$-\lg C$ ( $pC$ )	$C$ , г·моль/дм <sup>3</sup>	$C$ , мг/дм <sup>3</sup>
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/дм<sup>3</sup>,  
40 — г·моль ионов кальция,

$pC$  — отрицательный логарифм массовой концентрации ионов кальция, выраженной в г·моль/дм<sup>3</sup>.

Если при подготовке пробы к анализу минеральную воду раз-

бавляют дистиллированной водой, то содержание ионов кальция ( $X_2$ ), мг/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где  $C_1$  — массовая концентрация ионов кальция в разбавленной пробе, мг/дм<sup>3</sup>,

$V$  — объем разбавленного раствора, см<sup>3</sup>,

$V_1$  — объем минеральной воды, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

## 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/см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 см<sup>3</sup>.

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

Стаканы лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 50, 100, 2000 см<sup>3</sup>.

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  $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$  до постоянной массы 1,7500 г высушенного углекислого магния взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более  $\pm 0,0002$  г. Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>), перемешивают и после полного растворения соли разбавляют до метки дистиллированной водой.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг ионов магния.

5.3.2. *Приготовление промежуточного стандартного раствора хлористого магния*

В колбу с притертой пробкой вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают при помощи пипетки вместимостью 25 см<sup>3</sup> 25 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора хлористого магния, приливают при помощи пипетки вместимостью 10 см<sup>3</sup> 8,5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

1 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора содержит 50 мкг ионов магния.

5.3.3. *Приготовление раствора хлористого лантана*

Раствор готовят из оксида лантана ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ), полученного из любой соли лантана следующим образом: 100 г соли лантана (например хлористого лантана) взвешивают на технических весах с погрешностью не более  $\pm 0,01$  г, переносят в стакан вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> 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 гидроксид лантана через фильтр «Красная лента». Осадок промывают горячей водой, высушивают на воздухе, собирают с фильтра и прокаливают в фарфоровой чашке при  $1000^\circ\text{C}$  до постоянной массы.

58 г полученного гидроксида лантана переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в 100 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, и полученный раствор разбавляют дистиллированной водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 50 мг ионов лантана.

5.3.4. *Приготовление рабочих стандартных растворов хлористого магния*

В колбы с притертыми пробками вместимостью 100 см<sup>3</sup> отмеряют при помощи пипеток вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup> соответственно по 0,00 см<sup>3</sup> — нулевой раствор; 0,50 см<sup>3</sup> — (раствор № 1);

1,00 см<sup>3</sup> — (раствор № 2); 2,00 см<sup>3</sup> — (раствор № 3); 4,00 см<sup>3</sup> — (раствор № 4); 6,00 см<sup>3</sup> — (раствор № 5); 8,00 см<sup>3</sup> — (раствор № 6) и 10,00 см<sup>3</sup> (раствор № 7) промежуточного стандартного раствора хлористого магния, приготовленного как указано в п. 5.3.2, вносят при помощи пипетки вместимостью 2 см<sup>3</sup> соответственно по 1,80; 1,80; 1,75; 1,70; 1,70; 1,65; 1,60 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и затем вносят при помощи пипетки вместимостью 10 см<sup>3</sup> соответственно по 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> пробы должно содержаться не более 6 мкг магния.

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят при помощи пипетки вместимостью 1,0 см<sup>3</sup> 2% по объему концентрированной соляной кислоты, вносят при помощи пипетки вместимостью 5 см<sup>3</sup> 2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> вносят при помощи пипетки вместимостью 1,0 см<sup>3</sup> 2% по объему концентрированной соляной кислоты, при помощи пипетки вместимостью 5 см<sup>3</sup> вносят 2,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

#### 5.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию магния ( $C_3$ ), мг/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>,

$V_2$  — объем, до которого разбавлена аликвота минеральной воды, см<sup>3</sup>,

$V_3$  — объем минеральной воды, взятый для разбавления, см<sup>3</sup>.

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).

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<sup>3</sup>».

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 определении  $n=5$  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: «Шлипка 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 концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>», «Комплексон III фиксанал, 0,1 н, раствор» на «Комплексон III фиксанал, раствор концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>», 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/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.2.2 дополнить словами: «концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.2.4. Исключить значение: 2 н.; дополнить словами: «концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>».

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/дм<sup>3</sup>», «2 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>», «0,1 н. раствором комплексона III» на «раствором комплексона III концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>»;

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/дм<sup>3</sup> до изменения цвета раствора из малинового в красно-фиолетовый».

Пункт 2.4. Второй абзац. Заменить единицу: мг/л на мг/дм<sup>3</sup>;

формула. Заменить обозначение и значения:  $n$  на  $M$ , 20,04 на 40,08;

экспликация. Заменить слова: « $n$  — нормальность» на « $M$  — 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/дм<sup>3</sup>», ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79.

Пункт 3.2.1 после слов «комплексона III» дополнить словами: «концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>».

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/дм<sup>3</sup>».

Пункт 3.4. Второй абзац. Заменить единицу: мг/л на мг/дм<sup>3</sup>;

формула. Заменить обозначение и значение:  $n$  на  $M$ ; 12,16 на 24,32;

экспликация. Заменить слова: « $n$ —нормальность» на « $M$ —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  $\begin{smallmatrix} +3,0 \\ -0,6 \end{smallmatrix}$  мг; в диапазоне 20—100 мг — с пределом погрешности измерений  $\begin{smallmatrix} +10,0 \\ -3,0 \end{smallmatrix}$  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»

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/дм<sup>3</sup>»;

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/дм<sup>3</sup>»;

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/дм<sup>3</sup>».

Пункт 4.4.1. Заменить единицу: г-моль/дм<sup>3</sup> на моль/дм<sup>3</sup> (5 раз);

исключить слова: «массовой» (4 раза).

Пункт 4.5. Исключить слово: «массовой»;

третий абзац. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции:

«С — концентрация ионов кальция, моль/дм<sup>3</sup>;

40 — молярная масса иона кальция, г/моль;

ρС — отрицательный логарифм концентрации ионов кальция, выраженной в моль/дм<sup>3</sup>»;

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/см<sup>3</sup> ионов магния в пробе (после ее разведения) с пределом погрешности измерений  $\begin{smallmatrix} +2,5 \\ -0,38 \end{smallmatrix}$  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.)