

**ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПЬЕВЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ,  
ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ****Методы определения бромид-ионов**

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

**ГОСТ****23268.15-78**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября  
1978 г. № 2417 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 бромид-ионов.

**1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ**

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения бромид-ионов должен быть не менее 100 см<sup>3</sup>.

**2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД****2.1. Сущность метода**

Метод основан на окислении бромид-ионов хромовокислым калием в кислой среде до свободного брома и образовании розового бромпроизводного розанилина при взаимодействии брома с фуксинсерной кислотой.

Метод позволяет определять от 0,05 до 0,1 мг бромид-ионов в пробе.

**2.2. Аппаратура, материалы и реактивы**

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, пипетки вместимостью 1, 2, 10, 25 см<sup>3</sup>.

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

Стакан и колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью: колбы конические 200, 250, 300 см<sup>3</sup>; стаканы 1000 см<sup>3</sup>.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Пробирки с притертым пробкой вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

Воронки по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Склянка темная с притертым пробкой вместимостью 150 см<sup>3</sup>.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Часы песочные по ГОСТ 10576—74 на 1 мин.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Фуксин основной.

Хлороформ медицинский.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кадмий уксуснокислый по ГОСТ 5824—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

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

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление 10%-ного раствора хромовокислого калия*  
10 г хромовокислого калия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

2.3.2. *Приготовление раствора серной кислоты 1:20*

К 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды приливают 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты (плотностью 1,84).

2.3.3. *Приготовление раствора фуксина в серной кислоте*

0,1 г основного фуксина взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. К 10 см<sup>3</sup> раствора приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты 1:20. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертым пробкой.

2.3.4. *Приготовление основного стандартного раствора бромистого калия — по ГОСТ 4212—76.*

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

2.3.5. *Приготовление рабочего стандартного раствора бромистого калия*

10 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора бромистого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят дистиллированной водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 мг/см<sup>3</sup> бромид-ионов.

#### 2.4. Проведение анализа

В пробирку с притертой пробкой вместимостью 20 см<sup>3</sup> отмеривают от 1 до 10 см<sup>3</sup> анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 0,05 до 0,1 мг бромид-ионов и доводят объем проб до 10 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. К пробе добавляют 0,5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора хромовокислого калия и 2 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор перемешивают, помещают в водяную баню и выдерживают при температуре от 10 до 15°C в течение 30 мин. Прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора фуксина в серной кислоте, 2 см<sup>3</sup> хлороформа, смесь энергично встряхивают в течение 1 мин.

Одновременно в тех же условиях готовят шкалу эталонных растворов с массовой концентрацией бромид-ионов: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 мг/дм<sup>3</sup>, для чего в пробирки с притертymi пробками приливают соответственно 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора и дистиллированной воды до 10 см<sup>3</sup>. Эталонные растворы обрабатывают так же, как и анализируемую воду.

После отстаивания сравнивают интенсивность цвета хлороформенного слоя анализируемой воды с интенсивностью цвета хлороформенных слоев эталонных растворов.

Определению мешает сероводород.

При определении бромид-ионов в сульфидных водах сероводород связывают уксуснокислым кадмием, для чего к анализируемой воде добавляют от 0,3 до 0,5 г уксуснокислого кадмия, выпавший осадок отфильтровывают, а фильтрат используют для определения бромид-ионов.

#### 2.5. Обработка результатов

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

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

где  $a$  — массовая концентрация бромид-ионов, определенная по шкале эталонных растворов, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем анализируемой воды, взятый на анализ, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем колориметрируемой пробы, см<sup>3</sup>.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1 мг/дм<sup>3</sup>.

### 3. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении бромид-ионов хлорноватистокислым натрием до бромат-ионов с последующим йодометрическим

определенением. Метод позволяет определять от 0,2 до 10,0 мг бромид-ионов в пробе.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

### 3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

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

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>; цилиндры 25, 50, 100 см<sup>3</sup>.

Колбы конические стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью: конические 200, 250 см<sup>3</sup>; круглодонные 250, 500, 1000, 1500 см<sup>3</sup>.

Склянка трехгорловая вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Термометр по ГОСТ 215—73.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Воронка делительная вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Сосуд для льда.

Склянка вместимостью 100—200 см<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Хлор жидкий по ГОСТ 6718—68.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Кислота соляная, фиксанал, 0,1 н. раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий серноватистокислый, фиксанал, 0,1 н. раствор.

Калий двухромовокислый, фиксанал, 0,1 н. раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76.

Натрий двухуглекислый по ГОСТ 4201—79.

Натрий муравьинокислый безводный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 245—76.

Кадмий уксуснокислый по ГОСТ 5824—79.

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

3.3. Подготовка к анализу

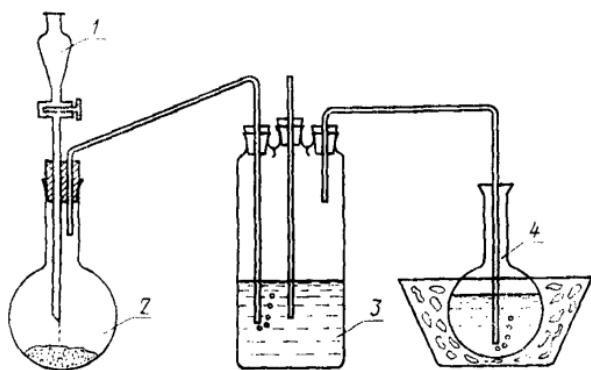
3.3.1. Приготовление 1,7 н. раствора гидроокиси натрия

68 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 и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

### 3.3.2. Получение хлора

Собирают прибор согласно чертежу. В колбу 2 помещают 120 г марганцовокислого калия, в делительную воронку 1 вносят 400 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19). Сосуд 3 заполняют на 1/2 объема дистиллированной водой. Для получения хлора открывают кран делительной воронки, по каплям приливают соляную кислоту в колбу с марганцовокислым калием, выделившийся газ промывают, пропуская его через сосуд с дистиллированной водой и направляют в колбу 4, заполненную щелочью.

Прибор для получения хлора



### 3.3.3. Приготовление раствора хлорноватистокислого натрия

В колбу вместимостью 1500 см<sup>3</sup> приливают 1000 см<sup>3</sup> 1,7 н. раствора гидроокиси натрия. Колбу погружают в сосуд со льдом и пропускают через раствор гидроокиси натрия хлор.

Для насыщения используют жидкий хлор из баллона или газообразный, полученный по п. 3.3.2. Насыщение проводят до получения от 1,2 до 1,4 н. раствора хлорноватистокислого натрия с остаточной щелочью от 0,3 до 0,5 г-экв/дм<sup>3</sup>. Нормальность раствора хлорноватистокислого натрия начинают проверять через 2 ч после начала насыщения и далее проводят определения через каждые 30 мин.

Щелочность полученного раствора вычисляют по формуле

$$\mu_1 - \mu_2 = \mu_3,$$

где  $\mu_1$  — нормальность исходного раствора гидроокиси натрия, г-экв/дм<sup>3</sup>;

$\mu_2$  — нормальность полученного раствора хлорноватистокислого натрия, г-экв/дм<sup>3</sup>;

$\mu_3$  — остаточная щелочность, г-экв/дм<sup>3</sup>.

3.3.4. *Определение нормальности раствора хлорноватистокислого натрия*

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, вносят 1 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, 5 см<sup>3</sup> 20%-ного раствора серной кислоты, 1 см<sup>3</sup> хлорноватистокислого натрия и 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала. Колбу закрывают, содержимое перемешивают и титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором серноватистокислого натрия.

Нормальность раствора хлорноватистокислого натрия ( $n_1$ ), г-экв/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$n_1 = \frac{V_1}{V_2} \cdot n_2$$

где  $V$  — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$n$  — нормальность раствора серноватистокислого натрия;

$V_2$  — объем раствора хлорноватистокислого натрия, взятый на титрование, см<sup>3</sup>.

3.3.5. *Приготовление 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и объем раствора доводят этой же водой до метки.

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

100 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой до метки.

3.3.7. *Приготовление 20%-ного раствора муравьинокислого натрия*

20 г муравьинокислого натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

3.3.8. *Приготовление 1%-ного раствора молибденовокислого аммония*

1 г молибденовокислого аммония взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и фильтруют раствор.

3.3.9. *Приготовление 20%-ного раствора серной кислоты*

В колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, заполненную на  $\frac{1}{3}$  дистиллированной водой, осторожно приливают 120 см<sup>3</sup> серной кислоты (плотностью 1,84), содержимое охлаждают и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

### 3.4. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> вносят от 25 до 50 см<sup>3</sup> анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 0,2 до 10 мг бромид-ионов, прибавляют 1 г однозамещенного фосфорнокислого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, 10 см<sup>3</sup> раствора хлорноватистокислого натрия и содержимое нагревают до кипения. Затем для разрушения избытка хлорноватистокислого натрия добавляют 20 см<sup>3</sup> 20 %-ного раствора муравьинокислого натрия, перемешивают и кипятят 5 мин. К охлажденному до комнатной температуры раствору прибавляют 1 г йодистого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, 25 см<sup>3</sup> 20 %-ного раствора серной кислоты, 1 см<sup>3</sup> 1 %-ного раствора молибденовокислого аммония, 1 мл раствора крахмала и оттитровывают выделившийся йод 0,01 н. раствором серноватистокислого натрия. Параллельно проводят те же операции с контрольной пробой дистиллированной воды, не содержащей бромид-ионов. Определению мешает железо с массовой концентрацией более 1 мг/дм<sup>3</sup> и сероводород. В присутствии йодид-ионов предложенным методом определяют сумму бромид- и йодид-ионов.

При определении бромид-ионов в водах, содержащих железо, его предварительно осаждают, для чего к анализируемой пробе прибавляют 0,5 г двууглекислого натрия и содержимое кипятят от 5 до 10 мин. Выпавший осадок отфильтровывают, а фильтрат используют для определения бромид-ионов.

При определении бромид-ионов в сульфидных водах мешающее влияние сероводорода устраниют по п. 2.4.

В присутствии йодид-ионов массовую концентрацию бромид-ионов определяют по разности между общей массовой концентрацией бромид- и йодид-ионов и массовой концентрацией йодид-ионов в мг-экв/дм<sup>3</sup>, определенным в отдельной пробе по ГОСТ 23268.16—78.

### 3.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2)n \cdot 13,3 \cdot 1000}{V},$$

где  $V$  — объем анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$n$  — нормальность раствора серноватистокислого натрия.

13,3 — г-эквивалент бромид-ионов в данной реакции.

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