

Тема 4.4. Комплексометрический метод определения содержания сульфатов в питьевой воде – 6 ч.

Изучите ГОСТ 4389-72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов. Пункт 4. Комплексометрический метод

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность приготовления и анализа растворов:
 - Приготовление 0,05 н. раствора хлористого бария, 250 см³ (привести расчеты)
 - Приготовление 0,05 н. раствора хлористого магния, 250 см³ (привести расчеты)
 - Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б, 250 см³ (привести расчеты)
 - Приготовление 0,01 н раствора сернокислого магния, 250 см³ (привести расчеты)
 - **Раствор 0,1 н хлористого цинка не готовить!**
4. Последовательность проведения анализа
 - 4.1. Титр раствора трилона Б установить по 0,01 н раствору сернокислого магния (приготовить из фиксаля 0,1 н, разбавить).
 - 4.2. Определение содержания сульфатов
5. Обработка результатов (формулы для расчетов)

Источники:

1. ГОСТ 4389-72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов.
2. Методика в соответствии с ГОСТ 4389-72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов.

Комплексометрический метод определения содержания сульфатов в питьевой воде (Методика в соответствии с ГОСТ 4389-72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов)

1. Сущность метода

Метод основан на осаждении ионов SO_4^{2-} хлористым барием. Осадок сернокислого бария растворяют в титрованном растворе трилона Б, избыток которого определяют титрованием раствором хлористого магния. Количество трилона Б, израсходованное на растворение сернокислого бария, эквивалентно количеству сульфат-ионов во взятом объеме воды.

Точность метода $\pm 2,0$ мг/дм³ SO_4^{2-} .

Оптимальные интервалы концентраций для комплексонометрического определения сульфат-ионов находятся в пределах 5-25 мг.

2. Аппаратура, материалы и реактивы

- Баня водяная.
- Электроплитка.
- Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227, вместимостью: пипетки 10, 25 и 100 см³, колбы мерные 50, 100, 250, 500, 1000 см³.
- Бюретки вместимостью 25 см с краном.
- Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.
- Фильтры беззольные бумажные "синяя лента".
- Барий хлористый по ГОСТ 4108.
- Магний хлористый по ГОСТ 4209.
- Трилон Б по ГОСТ 10652.
- Магний серноокислый фиксагал по ГОСТ 4523.
- Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.
- Аммиак по ГОСТ 3760.
- Натрий хлористый по ГОСТ 4233.
- Цинк металлический.
- Кислота соляная по ГОСТ 3118.
- Хромоген черный ЕТ-00.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

3. Подготовка к анализу

3.1. Приготовление 0,05 н. раствора хлористого бария

6,108 г BaCl₂·2H₂O растворяют в дистиллированной воде и разбавляют раствор до 1 дм³ в мерной колбе.

3.2. Приготовление 0,05 н. раствора хлористого магния

5,085 г MgCl₂·6H₂O растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Поправочный коэффициент (*K*) к нормальности раствора устанавливают по точному раствору трилона Б.

3.3. Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б

Растворяют 9,30 г трилона Б в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Титр раствора трилона Б устанавливают по раствору 0,01 н серноокислого магния.

3.4. Приготовление аммиачного буферного раствора

Смешивают 100 см³ 20%-ного раствора хлористого аммония с 100 см³ 25%-ного раствора аммиака, смесь доводят до 1 дм³ дистиллированной водой. Раствор следует хранить в плотно закрытой склянке во избежание потерь аммиака.

3.5. Приготовление 9 н. раствора водного аммиака

67,0 см³ 25%-ного раствора аммиака разбавляют дистиллированной водой до 100 см³.

3.6. Приготовление 0,01 н. раствора сернокислого магния

Готовят 0,1 н раствор сернокислого магния из фиксаля. 0,01 н раствор приготовить разбавлением 0,1 н раствора сернокислого магния до нужного объема.

3.7. Приготовление хромогена черного ET-00

Использовать сухой индикатор. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г предварительно тщательно растертого в ступке химически чистого хлористого натрия.

3.8. Установка поправочного коэффициента к нормальности трилона Б

В коническую колбу вносят 50 см³ 0,01 н. раствора сернокислого магния и разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, добавляют 5 см³ буферного раствора и ~ 0,1 г смеси сухого индикатора. Титруют при сильном взбалтывании трилоном Б до изменения окраски. В эквивалентной точке окраска должна быть синей с зеленым оттенком.

4. Проведение анализа

100 см³ испытуемой воды помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В этой же колбе, если необходимо, выпариванием (не доводят до кипения) подкисленного раствора концентрируют, подливая по мере выпаривания новую порцию испытуемой воды.

Раствор подкисляют тремя каплями концентрированной соляной кислоты (до кислой реакции), прибавляют 25,0 см³ 0,05 н. раствора хлористого бария, нагревают до кипения, кипятят 10 мин от начала кипения и оставляют на водяной бане около 1 ч.

Через 1 ч раствор фильтруют обычным способом через небольшой беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей дистиллированной водой. Фильтрование проводят, не перенося осадок сернокислого бария на фильтр.

Колбу с осадком промывают 5-6 раз горячей водой (40-50 °С), не счищая приставшего к стенкам колбы осадка, пропускают промывные воды через тот же фильтр. Фильтр с частью попавшего на него осадка BaSO₄ промывают 2-3 раза водой до отрицательной реакции на Cl⁻.

Когда вода стечет, осадок помещают в ту же колбу, в которой проводилось осаждение. Приливают 5 см³ 9 н. раствора аммиака, фильтр осторожно разворачивают стеклянной палочкой и расправляют по дну колбы. Затем прибавляют 6 см³ 0,05 н. раствора трилона Б на каждые 5 мг предполагаемого содержания сульфат-ионов во взятом для определения объеме испытуемой воды.

Содержимое колбы осторожно нагревают на песчаной бане до кипения и кипятят до растворения осадка (3-5 мин), держа колбу в наклонном положении, периодически перемешивая жидкость.

Раствор охлаждают, приливают 50 см³ дистиллированной воды, 5 см³ аммиачного буферного раствора и добавляют сухую смесь индикатора ~ 0,1 г.

Избыток трилона Б титруют раствором хлористого магния до перехода синей окраски в лиловую. 1 см³ 0,05 н. раствора трилона Б соответствует 2,4 мг SO₄²⁻.

5. Обработка результатов

Содержание сульфатов (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(n \cdot K - m \cdot K_1) \cdot 2,4 \cdot 1000}{V}$$

где

n – количество прибавленного раствора трилона Б, см³;

K – поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;

m – количество раствора хлористого магния, израсходованное на титрование, см³;

K_1 – поправочный коэффициент к нормальности раствора хлористого магния;

V – объем исследуемой воды, взятый для определения, см³.