главное управление

Гидрометеорологической службы

при совете министров ссср

\_\_\_\_\_\_\_\_\_

гидрохимический институт

**РУКОВОДСТВО**

**ПО ХИМИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ**

**ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД СУШИ**

Под редакцией

д-ра хим. наук проф. а. д. семенова

гидрометеоиздат - ленинград 1977

**ВЕСОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

**Назначение метода**. Метод может быть использован для ана­лиза вод с содержанием сульфатов выше 10 мг SO2\_An:. Рекомен­дуется как арбитражный.

4

**Принцип метода**. Принцип метода основан на весовом опреде­лении сульфатов в виде осадка BaS04, образующегося при взаи­модействии сульфатных ионов с солями бария

Ва2+ + SO2 = BaS04↓.

4

**Характеристики метода**. Минимальная определяемая концен­трация 10 мг SO2л. Относительное стандартное отклонение *U* при концентрации 200 мг SO2/л

4 4

составляет 0,5% *(п* = 10). Продолжительность определения единичной пробы 10 ч. Серия из 10 проб анализируется в течение 12 ч (без учета выстаивания; для выстаивания пробы оставляют на ночь).

**Мешающие влияния**. Определению мешают взвешенные, кол­лоидные и гумусовые вещества, а также кремнекислота, железо сульфиты.

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устра­няют предварительным фильтрованием пробы. Для удаления гуму­совых веществ пробу воды пропускают через колонку (*d* = 1,5 ~~:~~ 2 см; *h —* 25 ~~:~~ 30 см), заполненную активированным углем БАУ со скоростью 2 мл/мин.

При высоком содержании кремнекислоты и железа пробу воды выпаривают досуха, предварительно подкислив ее 5 мл раствора НС1 (1 : 1). Сухой остаток нагревают в течение 1 ч при температуре 105° С, смачивают 5 мл раствора НС1 (1 : 1), нагре­вают и разбавляют до 50 мл дистиллированной водой. Горячий раствор фильтруют и промывают разбавленным раствором НС1 (1 : 50). К фильтрату прибавляют 1 мл раствора HN03 (1 : 1), кипятят 5—10 мин на слабом огне и доводят объем до 100 мл. Затем прибавляют раствор аммиака NH4OH (1 : 1) до щелочной реакции и смесь 30 мин нагревают на водяной бане. Выделившиеся гидроокиси отфильтровывают и промывают горячей дважды ди­стиллированной водой. Объем фильтрата доводят до 250 мл.

В присутствии сульфитов пробу воды предварительно окисля­ют добавлением 0,1 н. раствора иода. Из результатов определе­ния сульфатов вычитают найденное в отдельной пробе содержание сульфитов.

**Ход определения**. Объем пробы воды выбирают в зависимости от предполагаемого содержания сульфатов (см. табл. 25), выпа­ривают на водяной бане (при низком содержании SO2 -) или раз­бавляют дистиллированной водой (при высоком

4

содержании SO2 \_) до 200 мл. Пробу переносят в стакан и после прибавления од­ной

4

капли метилоранжа, подкисляют 2 мл соляной кислоты НС1 (1 : 1) и нагревают почти до кипения. Затем при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой приливают по каплям приб­лизительно 5 мл раствора хлористого бария.

Дают пробе немного отстояться и добавляют к прозрачной жидкости над осадком еще несколько капель раствора ВаС12. При появлении мути следует ввести дополнительное количество раствора ВаС12 для обеспечения полноты осаждения сульфатов.

Смесь перемешивают в течение 1 мин, нагревают на водяной бане 1—3 ч и оставляют при комнатной температуре на 8—12 ч. Осадок количественно отфильтровывают через сдвоенный без­зольный фильтр (белая и синяя лента), который следует пред­варительно смочить для уплотнения этиловым спиртом. Осадок на фильтре промывают горячей водой до отсутствия в промывных водах хлоридов (проводят качественное определение с AgN03). Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный до постоянного веса тигель и высушивают над слабым пламенем горелки. Постепенно усиливая нагревание, фильтр обугливают, стараясь, чтобы бумага не воспламенялась и тигель не доводился до красного каления. Затем крышку тигля снимают и прокалива­ют его при 800° С до тех пор, пока осадок не станет белым. Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют, пока вес осадка не станет постоянным.

Поскольку на результаты определения влияют условия осаж­дения BaS04 (способ, время приливания растворов, отстаивания осадков, количество добавленных реагентов и т. д.), необходимо строго соблюдать условия выполнения анализа!

**Расчет.** Содержание сульфатов *Сх* в мг/л находят по формуле:

*С х* = 0,4115р.1000

*V*

где 0,4115 — пересчетный коэффициент из BaS04 на масса осадка BaS04, мг; *V* — объем исследуемой пробы воды, взятый на определение, мл.

Для выражения результатов в мг-экв/л полученную величину следует умножить на 0,0208.

**Реактивы**

1. Раствор хлористого бария ВаС12, х. ч., 5%-ный. 6 г ВаС12 X 2Н30 растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 100 мл.

10%-ный раствор хлористого бария (для качественного опре­деления сульфатов). 12 г ВаС13-2НаО растворяют в дистиллиро­ванной воде, добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора в мерной колбе до 100 мл.

1. Соляная кислота НС1, х. ч., концентрированная (плот­ность 1,19).
2. Раствор соляной кислоты НС1, х. ч. (1 : 1). 50 мл концен­трированной НС1 разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 100 мл.
3. Раствор азотнокислого серебра AgN03, х. ч. 10 г AgN03 растворяют в 100 мл дважды дистиллированной воды, в которую предварительно добавляют 1 мл концентрированной HN03. Ис­пользуется для проверки полноты отмывания осадка от хлорид- ных ионов.
4. Раствор метилоранжа, 0,5%-ный 0,5 г метилоранжа раство­ряют в 100 мл дистиллированной воды.
5. Этиловый спирт С2Н5ОН, 96%-ный. Может быть исполь­зован гидролизный спирт марки «Спирт ректификованный ГОСТ 18300-72».

**Посуда**

* 1. Стаканы химические 500 мл — 10 шт.
  2. Колбы конические 500 мл — 10 шт.
  3. Промывалка 250—500 мл—1 шт.
  4. Воронки диаметром 50 мм — 10 шт.
  5. Тигли (желательно платиновые) — 10 шт.
  6. Пипетки 1—2 мл — 4 шт.
  7. Склянки с пробкой 100 мл — 4 шт.
  8. Стеклянные палочки длиной 25—30 см — 10 шт.
  9. Часовые стекла диаметром 70—100 мм — 10 шт.
  10. Пробирки — 10 шт.
  11. Водяная баня большая — 1 шт.