СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**ВЕСОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**ВЕСОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Малая растворимость сульфата бария /произведение растворимости = 1,98 . 10-10/ в слабокислой среде позволяет производить весовое определенна сульфат-ионов. Наиболее удобен объем пробы 250 мл с содержанием сульфат-ионов 20-100 мг/л.

Мешающие влияния

Определенно мешают высокое содержание силикатов и железа, взвешенные я коллоидные вещества. Одновременно осульфатами определяются и сульфиты. Взвешенные и коллоидные вещества устраняются фильтрованием или центрифугированием, а в некоторых случаях - прибавлением активированного угля.

Высокое содержание кремнекислоты и железа устраняется выпариванием взятого объема пробы досуха после подкисления 5 мл разбавленного /1:1/ раствора HCl.

Сухой остаток нагревают около 1 ч при 105°С, смачивают 5 мл разбавленной HCl /1:1/, нагревают и разбавляют примерно до 50 мл дистиллированной водой. Горячий раствор фильтруют и промывают разбавленной /1:50/ соляной кислотой. Вфильтрату прибавляют 1 мл азотной кислоты /1:1/, слабо кипятят и в некоторых случаях упариванием доводят объем примерно до 100 мл. Затем прибавляют разбавленный /1:1/ раствор аммиака до явно щелочной реакции и смесьнагревают на водяной базе примерно 30 мни. Выделившиеся гидроокиси отфильтровывают и промывают горячей дистиллированной водой. Объем фильтрата доводят примерно до 250 мл.

В присутствии сульфитов пробу предварительно окисляют добавлением необходимого количества 0,1 мол/л раствора иода. Из результатов определения сульфатов вычитают найденное отдельно содержание сульфитов.

Аппаратура

Водяная баня.

Муфельная или тигельная печь/800°С/.

Реактивы

Соляная кислота ч.д.а., разбавленный раствор /1:1/.

Хлорид бария, 10%-ный раствор для осаждения. Растворяют 10 г BaCl3 H2O ч.д.а. в дистиллированной воде и доводят объем до 100мл.

Нитрат серебра 10%-ный раствор. Растворяют 6,6 г AgN03 ч.д.а. в 600 мл дистиллированной воды и подкисляют 0,6 мл концентрированной HNO3 ч.д.а.

Ход определение

В стакан емкостью 400-600 мл к 250 мл пробы с содержанием 5-50 мг SO2-4 или к меньшему с таким же содержанием сульфат-ионов, но доведённому до 250 мл.дистиллированной водой, прибавляют 2 мл разбавленной соляной кислоты. Смесь нагревают до кипения, при постоянном перемешивании прибавляют 3 мл горячего раствора хлорида бария, перемешивают около 1 мин, нагревают 1 чна водяной бане оставляют на 8-12 ч при комнатной температуре . Фильтруют через плотный фильтр /"синяя лента"/ и промывают декантацией. Выделившийся сульфат бария переносят количественно на фильтр. Прилипшие к стенкам стакана частицы сульфата бария удаляют кусочком влажной беззольной фильтровальной бумаги и ополаскивают стакан дистиллированной водой. Осадки на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлорид-ионн в фильтрате /реакция сhнитратом серебра/.

Фильтр с осадком переносят в предварительно прока­ленный взвешенный тигель. После высушивания фильтр осторожно сжигают, осадок прокаливают при 800°С до постоянного веса. При разности наводят вес сульфата бария.

Расчет

Содержание сульфатов вычисляют в молл/л/х/ или в мг/л /у/ по формулам:

$$x=\frac{/a-b/ 0.4116\*1000}{96,06 V}= \frac{/a-b/\*4.285}{V}$$

$$x=\frac{/a-b/ 0.4116\*1000}{ V}= \frac{/a-b/\*411.6}{V}$$

где а - вес тигля, оосадком после прокаливания вмг;

b - вес пустого тигля после прокаливания в мг

0,4116 - коффициент пересчёта о BaSO4 и SO2-4

96,06 - молSO2-4 ;

V - объём пробы,взятой для определения, в мл

Округление результатов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапозон в мг/л | 20-100 | 100-200 | 200-500 | 500-1000 |
| Округление в мг/л | 1 | 2 | 5 | 10 |
| Округление в ммол/л | 0,02 | 0,05 | 0,1 | 0,02 |