НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Группа Н09

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания молибдена

Drinking water.
Method for determination of molybdenum content

ГОСТ 18308—72

Дата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает колориметрический роданидный метод определения содержания молибдена.

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-красный цвет комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданидом. Восстановление Mo^{6+} до Mo^{5+} производится двухлористым оловом. Чувствительность метода составляет (объем исследуемой воды 100 см^3) 2,5 мкг/дм^3.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874* и ГОСТ 24481**.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания молибдена должен быть не менее 200 см^3.

1.3. Срок между отбором пробы и выполнением анализа должен быть возможно коротким, так как отобранные пробы воды, предназначенные для определения молибдена, не консервируют.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр, кюветы с толщиной рабочего слоя 10 мм.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169 и ГОСТ 29251 вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 см^3, пипетки 10, 50 и 100 см^3 без делений; цилиндры мерные 10 и 100 см^3; пробирки колориметрические с притертыми пробками; бюретки с краном вместимостью 25 см^3.

Делительные воронки вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Кислота серная по ГОСТ 4204

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Калий роданистый по ГОСТ 4139.
Калий-натрий виннокислый (сегнетовая соль) по ГОСТ 5845.
Олово двухлористое по ТУ 6—09—5384.
Олово металлическое по ГОСТ 860.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного раствора молибденовокислого аммония

0,184 г $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ растворяют в небольшом объеме горячей дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, охлаждают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. 1 см^3 раствора содержит 100 мкг Mo^{6+}.

3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора молибденовокислого аммония

10 см^3 основного стандартного раствора разбавляют дистиллированной водой до 1 дм^3. 1 см^3 раствора содержит 1 мкг Mo^{6+}.

Необходимо применять свежеприготовленный раствор.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора марганцовокислого калия

Раствор готовят из фиксанала.

3.4. Приготовление 33 %-ного раствора виннокислого калия-натрия (сегнетовой соли)

50 г $KNaC_4H_4O \cdot 4H_2O$ растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 25 %-ного раствора роданистого калия

25 г KCNS растворяют в 75 см^3 дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 20 %-ного раствора двухлористого олова

20 г $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см^3) и разбавляют дистиллированной водой до 100 см^3.

Для стабилизации восстановительного действия в раствор добавляют несколько кусочков металлического олова.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для повышения чувствительности метода и устранения мешающего влияния большинства элементов окрашенный молибденово-роданидный комплекс экстрагируют в малый объем органического растворителя. Определение состоит из двух операций: первая — удаление органических веществ, при этом происходит насыщение исследуемой воды изоамиловым спиртом; вторая — экстракция органическим растворителем роданидного комплекса молибдена.

Для выполнения первой операции 100 см^3 исследуемой воды помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Затем добавляют 8—10 см^3 серной кислоты (1:1), по каплям 0,1 н. раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски (не исчезающей в течение 5 мин) и 2 см^3 смеси изоамилового спирта с четыреххлористым углеродом (1:1). Раствор в воронке взбалтывают в течение 30 с и оставляют в покое до разделения слоев. Если слой органического растворителя, отделенный после экстракции в пробирку, бесцветен, приступают