

ВОДА ПИТЬЕВАЯ
Методы определения содержания хлоридовDrinking water.
Methods for determination
of chloride content**ГОСТ**
4245—72Взамен
ГОСТ 4245—48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 октября 1972 г. № 1855 срок действия установлен

с 01.01.74

до 01.01.79

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения содержания хлоридов (хлор-иона).

Определение содержания хлор-иона в питьевой воде производят:

при содержании хлор-иона от 10 мг/л и выше титрованием азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора;

при содержании хлор-иона до 10 мг/л титрованием азотнокислой ртутью в присутствии индикатора дифенилкарбазона.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 2874—73 и ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания хлоридов должен быть не менее 250 мл.

1.3. Пробы воды, предназначенные для определения хлоридов, не консервируют.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Переиздание, Февраль 1976 г.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИОНА ТИТРОВАНИЕМ АЗОТНОКИСЛЫМ СЕРЕБРОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении хлор-иона в нейтральной или слабощелочной среде азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромовокислое серебро, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую. Точность метода 1—3 мг/л.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки 100, 50 и 10 мл без делений; пипетка 1 мл с делением через 0,01 мл; цилиндр мерный 100 мл; бюретка 25 мл со стеклянным краном.

Колбы конические по ГОСТ 10394—72 вместимостью 250 мл.
Капельница по ГОСТ 9876—73.

Пробирки колориметрические с отметкой на 5 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 8613—75.

Фильтры беззольные «белая лента».

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий—калий сернокислый) по ГОСТ 4329—68.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 25%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление титрованного раствора азотнокислого серебра*

2,40 г химически чистого AgNO_3 растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

1 мл раствора эквивалентен 0,5 мг Cl^- .

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2.3.2. *Приготовление 10%-ного раствора (подкисленного азотной кислотой) азотнокислого серебра*

10 г AgNO_3 растворяют в 90 мл дистиллированной воды и добавляют 1—2 капли HNO_3 .

2.3.3. *Приготовление титрованного раствора хлористого натрия*

0,8245 г химически чистого NaCl , высушенного при 105°C , рас-

творяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

1 мл раствора содержит 0,5 мг Cl⁻.

2.3.4. *Приготовление гидроокиси алюминия*

125 г алюминиевокалиевых квасцов $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ растворяют в 1 л дистиллированной воды, нагревают до 60° С и постепенно прибавляют 55 мл концентрированного раствора аммиака при постоянном перемешивании.

После отстаивания в течение 1 ч осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлориды.

2.3.5. *Приготовление 5%-ного раствора хромовокислого калия*

50 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

2.3.6. *Установка поправочного коэффициента к раствору азотнокислого серебра*

В коническую колбу вносят пипеткой 10 мл раствора хлористого натрия и 90 мл дистиллированной воды, добавляют 1 мл раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода лимонно-желтой окраски мутного раствора в оранжево-желтую, не исчезающую в течение 15—20 с. Полученный результат считают ориентировочным. К оттитрованной пробе прибавляют 1—2 капли раствора хлористого натрия до получения желтой окраски. Эта проба является контрольной при повторном, более точном определении. Для этого отбирают новую порцию раствора хлористого натрия и титруют азотнокислым серебром до получения незначительной разницы оттенков слабооранжевого в титруемом растворе и желтого в контрольной пробе.

Поправочный коэффициент (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{v},$$

где v — количество азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, мл.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. *Качественное определение*

В колориметрическую пробирку наливают 5 мл воды и добавляют три капли 10%-ного раствора азотнокислого серебра. Примерное содержание хлор-иона определяют по осадку или мутн в соответствии с требованиями таблицы.

Характеристика осадка или муть	Содержание Cl^- , мг/л
1. Опалесценция или слабая муть	1—10
2. Сильная муть	10—50
3. Образуются хлопья, осаждаются не сразу	50—100
4. Белый объемистый осадок	Более 100

2.4.2. Количественное определение

В зависимости от результатов качественного определения отбирают 100 мл испытуемой воды или меньший ее объем (10—50 мл) и доводят до 100 мл дистиллированной водой. Без разбавления определяются хлориды в концентрации до 100 мг/л. рН титруемой пробы должен быть в пределах 6—10. Если вода мутная, ее фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой. Если вода имеет цветность выше 30°, пробу обесцвечивают добавлением гидроокиси алюминия. Для этого к 200 мл пробы добавляют 6 мл суспензии гидроокиси алюминия, а смесь встряхивают до обесцвечивания жидкости. Затем пробу фильтруют через беззольный фильтр. Первые порции фильтрата отбрасывают. Отмеренный объем воды вносят в две конические колбы и прибавляют по 1 мл раствора хромовокислого калия. Одну пробу титруют раствором азотнокислого серебра до появления слабого оранжевого оттенка, вторую пробу используют в качестве контрольной пробы. При значительном содержании хлоридов образуется осадок AgCl , мешающий определению. В этом случае к оттитрованной первой пробе приливают 2—3 капли титрованного раствора NaCl до исчезновения оранжевого оттенка, затем титруют вторую пробу, пользуясь первой, как контрольной пробой.

Определению мешают: ортофосфаты в концентрации, превышающей 25 мг/л, железо в концентрации более 10 мг/л. Бромиды и йодиды определяют в концентрациях, эквивалентных Cl^- . При обычном содержании в водопроводной воде они не мешают определению.

2.5. Обработка результатов

Содержание хлор-иона (X), в мг/л, вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot g \cdot 1000}{V},$$

где v — количество азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра;

g — количество хлор-иона, соответствующее 1 мл раствора азотнокислого серебра, мг;

V — объем пробы, взятый для определения, мл.

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- от 20 до 200 мг/л — 2 мг/л.

При более высоком содержании — 2 отн. %.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА В ВОДЕ ТИТРОВАНИЕМ АЗОТНОКИСЛОЙ РТУТЬЮ В ПРИСУТСТВИИ ИНДИКАТОРА ДИФЕНИЛКАРБАЗОНА

3.1. Сущность метода

Хлориды титруют в кислой среде раствором азотнокислой ртути в присутствии дифенилкарбазона, при этом образуется растворимая почти не диссоциирующая хлорная ртуть. В конце титрования избыточные ионы ртути с дифенилкарбазоном образуют окрашенное в фиолетовый цвет комплексное соединение. Изменение окраски в эквивалентной точке выражено четко, в связи с этим конец титрования определяется с большой точностью.

Точность метода 0,5 мг/л.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 вместимостью: пипетки 100 и 50 мл без делений, цилиндр мерный 100 мл, микробюретка 2 мл.

Колбы конические по ГОСТ 10394—72 вместимостью 250 мл.

Капельница по ГОСТ 9876—73.

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—68.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Бромфеноловый синий (индикатор).

Дифенилкарбазон (индикатор).

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление 0,0141 н раствора азотнокислой ртути

2,42 г $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 20 мл дистиллированной воды, к которой прибавлено 0,25 мл концентрированной азотной кислоты, затем объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 л.

1 мл этого раствора эквивалентен 0,5 мг Cl^- .

Раствор устойчив в течение четырех месяцев.

Поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути определяют титрованием 5 мл хлористого натрия (1 мл —

0,5 мг Cl^-), разбавленного до 100 мл дистиллированной водой, в тех же условиях, как при анализе пробы воды.

3.3.2. Приготовление дифенилкарбазона, спиртового раствора смешанного индикатора

0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 100 мл 95%-ного этилового спирта. Хранят в склянке из темного стекла.

3.3.3. Приготовление 0,2 н раствора азотной кислоты

12,8 мл концентрированной азотной кислоты разводят дистиллированной водой до 1 л.

Все растворы готовят на дважды перегнанной дистиллированной воде.

3.4. Проведение анализа

Отбирают 100 мл испытуемой воды, прибавляют 10 капель смешанного индикатора и по каплям 0,2 н раствор HNO_3 до появления желтой окраски (рН 3,6), после чего прибавляют еще пять капель 0,2 н раствора HNO_3 и титруют из микробюретки раствором азотнокислой ртути. К концу титрования окраска раствора приобретает оранжевый оттенок. Титрование продолжают медленно, по каплям добавляя раствор азотнокислой ртути, сильно взбалтывая пробу до появления слабо-фиолетового оттенка.

Для определения более четкого конца титрования используют контрольную пробу, в которой к 100 мл дистиллированной воды прибавляют индикатор, 0,2 н раствор азотной кислоты и одну каплю раствора азотнокислой ртути.

Метод может быть использован для определения и более высоких концентраций хлоридов в воде (более 10 мг/л). В этом случае отбирают меньший объем воды (содержание Cl^- в отобранном объеме должно быть не менее 10 мг) и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, прибавляют те же реактивы и в том же количестве и титруют из бюретки раствором азотнокислой ртути, как описано выше.

Определению не мешает цветность воды выше 30° и железо в концентрации, превышающей 10 мг/л. Йодиды и бромиды определяют в концентрациях, эквивалентных Cl^- .

3.5. Обработка результатов

Содержание хлор-иона (X), в мг/л, вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot 0,5 \cdot K \cdot 1000}{V},$$

где v — количество азотнокислой ртути, израсходованное на титрование, мл;

K — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути;

V — объем воды, взятый для определения, мл.

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- в воде до 10 мг/л — 0,5 мг/л.

Замена

ГОСТ 1277—75 введен взамен ГОСТ 1277—63.
ГОСТ 1770—74 введен взамен ГОСТ 1770—64.
ГОСТ 2874—73 введен взамен ГОСТ 2874—54.
ГОСТ 4459—75 введен взамен ГОСТ 4459—65.
ГОСТ 8613—75 введен взамен ГОСТ 8613—64.
ГОСТ 9876—73 введен взамен ГОСТ 9876—61.
ГОСТ 10394—72 введен взамен ГОСТ 10394—63.
