УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Методы определения хлорид-ионов

ГОСТ 23268.17—78

Drinking medicinal, medicinal-table and natural-table mineral waters. Methods of determination of chloride-ions

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2419 срок действия установлен

с 01.01.80
до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на лечебные, лечебно-столовые и природные столовые питьевые минеральные воды и устанавливает титриметрические методы определения хлорид-ионов.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб – по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения хлорид-ионов должен быть не менее 250 $см^3$.

2. АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИД-ИОНОВ

Предназначен для определения хлорид-ионов при их содержании в минеральных водах более 20 $мг/дм^3$.

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в нейтральной или слабощелочной среде (pH от 7 до 10) практически нерастворимого хлористого серебра. Окончание титрования устанавливают по появлению хромовокислого серебра, окрашивающего раствор в оранжевый цвет.

Метод позволяет определять от 2 до 40 мг хлорид-ионов в пробе.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные аналитические.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 5, 10, 25 $см^3$; пипетки 5, 10, 25, 50 $см^3$.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 1000 $см^3$; цилиндры 50, 100 $см^3$.

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 200, 250 $см^3$.

Капельницы по ГОСТ 25336—82

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Бумага индикаторная универсальная.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Кислота серная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Натрия гидроокись фиксанал, 0,1 н. раствор.

Калий марганцовокислый фиксанал, 0,1 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление 0,1 н. раствора азотнокислого серебра*

16,9873 г азотнокислого серебра взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

2.3.2. *Приготовление 0,2 н. раствора азотнокислого серебра*

Отмеривают 200 $см^3$ 0,1 н. раствора азотнокислого серебра в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

Растворы азотнокислого серебра хранят в склянках из темного стекла.

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

5 г хромовокислого калия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

2.3.4. *Приготовление 0,1 н. раствора серной кислоты*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора серной кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, заполненную на $^1/_3$ объема дистиллированной водой, и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

2.3.5. *Приготовление 0,1 н. раствора гидроокиси натрия*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора гидроокиси натрия количественно переносят в мерную колбу

вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

2.3.6. *Приготовление 0,1 н. раствора марганцовокислого калия*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора марганцовокислого калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

2.3.7. *Приготовление 0,1%-ного раствора фенолфталеина*

0,1 г фенолфталеина растворяют в 100 см³ 96 %-ного этилового спирта.

2.4. Проведение анализа

Определению мешают сульфид-ионы. Для устранения влияния сульфид-ионов к пробе сульфидной воды добавляют 0,1 н. раствор марганцовокислого калия до розового окрашивания раствора, нагревают раствор почти до кипения и добавляют от 2 до 5 см³ спирта до обесцвечивания раствора.

Выпавший в осадок диоксид марганца отфильтровывают. При определении хлорид-ионов в йодных и бромных водах содержание хлорид-ионов вычисляют по разности в мг-экв./дм³ между общим содержанием галогенидов и суммой бромид-ионов и йодид-ионов, устанавливаемой в отдельных пробах по ГОСТ 23268.15—78 и ГОСТ 23268.16—78.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают от 10 до 100 см³ анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 2 до 40 мг хлорид-ионов, и доводят объем дистиллированной водой до 100 см³. pH аализируемой пробы должен составлять от 7 до 10. Щелочные или кислые пробы нейтрализуют 0,1 н. раствором серной кислоты или 0,1 н. раствором гидроокиси натрия по фенолфталеину. Приливают 5 капель 5%-ного раствора хромовокислого калия и титруют 0,02 н. раствором азотнокислого серебра до перехода цвета раствора из желтого в оранжевый.

2.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию хлорид-ионов (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_н \cdot 35{,}5 \cdot 1000}{V_1},$$

где V — объем азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

$н$ — нормальность раствора азотнокислого серебра;

35,5 — грамм-эквивалент хлорид-ионов;

V_1 — объем воды, взятый для анализа см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2 %.

3. МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИД-ИОНОВ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в кислой среде (pH 2,5) растворимой, но практически неионизированной хлорной ртути (II). Окончание титрования устанавливают по появлению комплексного соединения ртути с дифенилкарбазоном, окрашивающего раствор в фиолетовый цвет. Величину pH контролируют бромфеноловым синим. Метод позволяет определять от 1 до 10 мг хлорид-ионов в пробе.

При разногласиях в оценке качества минеральной питьевой лечебной, лечебно-столовой и природной столовой воды применяют меркуриметрический метод определения хлорид-ионов.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 5, 10, 25 $см^3$; пипетки 5, 10, 25, 50 $см^3$.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 100, 500, 1000, 2000 $см^3$; цилиндры 50, 10 $см^3$.

Колбы стеклянные лабораторные конические по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100, 200, 250 $см^3$.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—78.

Ртути окись желтая по ГОСТ 5230—74.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота азотная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Натрия гидроокиси фиксанал, 0,1 н. раствор.

Натрий хлористый фиксанал, 0,1 н. раствор.

Дифенилкарбазон по ГОСТ 17551—72.

Бромфеноловый синий.

Калий марганцовокислый фиксанал, 0,1 н. раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Кислота серная фиксанал, 0,1 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление 0,05 н. раствора азотнокислой ртути,*

8,3402 г азотнокислой ртути $Hg(NO_3)_2 \cdot 0{,}5\ H_2O$ взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, смачивают 1—1,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.3.2. *Приготовление 0,05 н. раствора азотнокислой ртути из окиси ртути (II) желтой*

5,5 окиси ртути (II) желтой взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 15 $см^3$ концентрированной азотой кислоты и объем

раствора доводят дистиллированной водой до метки. Нормальность раствора проверяют по 0,05 н. раствору хлористого натрия, приготовленному из фиксанала.

3.3.3. *Приготовление 0,05 н. раствора хлористого натрия*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора хлористого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.3.4. *Приготовление 0,2 н. раствора азотной кислоты*

Раствор готовят из фиксанала.

Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора азотной кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.3.5. *Приготовление смешанного индикатора*

0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего взвешивают с погрешностью 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 96 %-ном этиловом спирте и доводят объем раствора этиловым спиртом до метки.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

3.4. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отмеривают от 1 до 10 см³ анализируемой воды с таким расчетом, чтобы в ней содержалось от 1 до 10 мг хлорид-ионов. Пробу разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, прибавляют 10 капель смешанного индикатора, добавляют 0,2 н. раствор азотной кислоты до перехода цвета раствора в желтый (pH 3,5), после чего устанавливают pH 2,5, прибавляя еще 1 см³ 0,2 н. раствора азотной кислоты. Затем содержимое колбы оттитровывают 0,05 н. раствором азотнокислой ртути до фиолетового цвета раствора.

Определению мешают сульфид, бромид и йодид-ионы, в присутствии которых анализ ведут по п. 2.4.

3.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию хлорид-ионов (X_1) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_н \cdot 35,5 \cdot 1000}{V_1},$$

где V — объем азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см³;

$н$ — нормальность раствора азотнокислой ртути;

35,5 — грамм-эквивалент хлорид-ионов;

V_1 — объем воды, взятый для анализа, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2%.

gost.e-ecolog.ru