МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания хлоридов

ГОСТ 4245—72

Drinking water.
Methods for determination of chloride content

Дата введения 01.01.74

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

Определение содержания хлор-иона в питьевой воде проводят:

при содержании хлор-иона от 10 мг/дм^3 и выше титрованием азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора;

при содержании хлор-иона до 10 мг/дм^3 титрованием азотнокислой ртутью в присутствии индикатора дифенилкарбазона.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по ГОСТ 2874* и ГОСТ 24481**.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания хлоридов должен быть не менее 250 см^3.

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

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОР-ИОНА 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/дм^3.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29251, вместимостью: пипетки 100, 50 и 10 см^3 без делений; пипетка 1 см^3 с делением через 0,01 см^3; цилиндр мерный 100 см^3; бюретка 25 см^3 со стеклянным краном.

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

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

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Капельница по ГОСТ 25336.

Пробирки колориметрические с отметкой на 5 см³.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Фильтры беззольные «белая лента».

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий-калий сернокислый) по ГОСТ 4329.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 дм³.

1 см³ 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 см³ 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 °С, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 0,5 мг Cl^-.

2.3.4. Приготовление гидроокиси алюминия

125 г алюмокалиевых квасцов $[AlK(SO_4)_2 \quad 12H_2O]$ растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды, нагревают до 60 °С и постепенно прибавляют 55 см³ 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 K_2CrO_4 растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм³.

2.3.6. Установка поправочного коэффициента к раствору азотнокислого серебра.

В коническую колбу вносят пипеткой 10 см³ раствора хлористого натрия и 90 см³ дистиллированной воды, добавляют 1 см³ 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, см³.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Качественное определение

В колориметрическую пробирку наливают 5 см³ воды и добавляют три капли 10 %-ного раствора азотнокислого серебра. Примерное содержание хлор-иона определяют по осадку или мути в соответствии с требованиями таблицы.

Характеристика осадка или мути	Содержание Cl^-, мг/дм³
1. Опалесценция или слабая муть	1—10
2. Сильная муть	10—50
3. Образуются хлопья, осаждаются не сразу	50—100
4. Белый объемный осадок	Более 100

2.4.2. Количественное определение

В зависимости от результатов качественного определения отбирают 100 см³ испытуемой воды или меньший ее объем (10—50 см³) и доводят до 100 см³ дистиллированной водой. Без разбавления определяют хлориды в концентрации до 100 мг/дм³. pH 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 см³ пробы добавляют 6 см³ 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 см³ 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/дм³; железо в концентрации более 10 мг/дм³. 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), мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где v — количество азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра;

g — количество хлор-иона, соответствующее 1 см³ раствора азотнокислого серебра, мг;

V — объем пробы, взятый для определения, см³.

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- от 20 до 200 мг/дм³ — 2 мг/дм³; при более высоком содержании —2 отн. %.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОР-ИОНА 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 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/дм³.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29251, вместимостью: пипетки 100 и 50 см³ без делений, цилиндр мерный 100 см³, микробюретка 2 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Капельница по ГОСТ 25336.

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

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 $Hg(NO_3)_2 \cdot {}^1/_2\ H_2O$ растворяют в 20 см³ дистиллированной воды, к которой прибавлено 0,25 см³ концентрированной азотной кислоты, затем объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 дм³.

1 см³ этого раствора эквивалентен 0,5 мг Cl^-.

Раствор устойчив в течение четырех месяцев.

Поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути определяют титрованием 5 см³ хлористого натрия (1 см³ — 0,5 мг Cl^-), разбавленного до 100 см³ дистиллированной водой, в тех же условиях, как при анализе пробы воды.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

3.3.2. Приготовление дифенилкарбазона, спиртового раствора смешанного индикатора

0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 100 см³ 95 %-ного этилового спирта. Хранят в склянке из темного стекла.

3.3.3. Приготовление 0,2 н. раствора азотной кислоты

12,8 см³ концентрированной азотной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³.

Все растворы готовят на дважды перегнанной дистиллированной воде.

3.4. Проведение анализа

Отбирают 100 см³ испытуемой воды, прибавляют 10 капель смешанного индикатора и по каплям 0,2 н. раствор HNO_3 до появления желтой окраски (pH 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 слабофиолетового оттенка.

Для определения более четкого конца титрования используют контрольную пробу, в которой к 100 см³ 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/дм³). В этом случае отбирают меньший объем воды (содержание Cl^- в отобранном объеме должно быть не менее 10 мг) и разбавляют дистиллированной водой до 100 см³, прибавляют те же реактивы и в том же количестве и титруют из бюретки раствором азотнокислой ртути, как описано выше.

Определению не мешают цветность воды выше 30° и железо в концентрации, превышающей 10 мг/дм³. Йодиды и бромиды определяют в концентрациях, эквивалентных Cl^-.

3.5. Обработка результатов

Содержание хлор-иона (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где v — количество азотнокислой ртути, израсходованное на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой ртути;

V — объем воды, взятый для определения, см³.

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- в воде до 10 мг/дм³ — 0,5 мг/дм³.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 09.10.72

2. ВЗАМЕН ГОСТ 4245—48

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2
ГОСТ 2874—82	1.1
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4233—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4329—77	2.2
ГОСТ 4459—75	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 4520—78	3.2
ГОСТ 5962—67	3.2
ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2
ГОСТ 29169—91	2.2, 3.2
ГОСТ 29227—91	2.2
ГОСТ 29251—91	2.2, 3.2

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2121

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru