ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Определение содержания хлорида

Титрование нитратом серебра с хроматным индикатором (метод Мора)

СТ РК ИСО 9297 – 2008

(ISO 9297:1989 Water quality. Determination of chloride. Silver nitrate titration with chromate indicator (Mohr's method), (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН товариществом с ограниченной ответственностью "Sonar Consulting and Trading Company ltd" на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 3, который выполнен Федеральным Государственным Управлением «Стандартинформ» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 6 ноября 2008 г. № 576 – од.

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 9297:1989 "Качество воды. Определение содержания хлорида. Титрование нитратом серебра с хроматным индикатором (метод Мора)" (ISO 9297:1989 "Water quality. Determination of chloride. Silver nitrate titration with chromate indicator (Mohr's method)" IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им государственные и (или) межгосударственные стандарты.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2013 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

	Введение	IV
1	Область применения	1
	1.1 Диапазон практического применения	1
	1.2 Помехи	1
2	Нормативные ссылки	2
3	Принцип	3
4	Реагенты	3
5	Аппаратура	3
6	Методика	4
7	Выражение результатов	4
8	Отчет об анализе	5

Введение

Все природные воды, так же, как и дождевая вода и многие сточные воды, содержат ионы хлорида. Концентрации могут меняться в широких пределах от нескольких миллиграммов на литр в некоторых природных водах до весьма высоких концентраций в загрязненных сточных водах, морской воде и соленой почвенной воде.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Определение содержания хлорида
Титрование нитратом серебра с хроматным индикатором (метод Мора)

Water quality– Determination of chloride –
Silver nitrate titration with chromate indicator (Mohr's method)

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

1.1 Диапазон практического применения

Настоящий стандарт устанавливает метод титрования для определения содержания растворенного хлорида в воде. Этот метод может применяться для непосредственного определения содержания растворенного хлорида в концентрациях от 5 до 150 мг/л. Рабочий диапазон может быть расширен до 400 мг/л путем использования бюретки большей вместимости или путем разведения пробы. Вследствие многих мешающих влияний этот метод непригоден для сильно загрязненных вод с низким содержанием хлорида.

1.2 Помехи

Нормальные концентрации обычных веществ, входящих в состав почвенной воды, поверхностной воды и питьевой воды, не оказывают мешающего влияния на определение содержания хлорида.

Мешающее влияние (помехи) на данный метод оказывают следующие вещества:

- вещества, образующие нерастворимые соединения серебра, такие, как бромиды, иодиды, сульфиды, гексацианоферраты (II) и гексацианоферраты (III). При необходимости, содержание ионов бромида и иодида должно определяться раздельно, и в результате определения содержания хлорида должна вноситься соответствующая поправка;
- соединения, образующие комплексы с ионами серебра, такие, как ионы аммония и тиосульфата;
- соединения, которые будут восстанавливать ионы хромата, включая ионы железа (II) и сульфита.

Вышеупомянутые мешающие влияния приведут к повышенным величинам содержания хлорида.

Сильно окрашенные или мутные растворы могут сделать неясной конечную точку титрования (гидрированный оксид железа).

Таблица 1 – Мешающие влияния

Вещество	Количество вещества, оказывающее мешающее влияние, мг/л
Br^-	3
I^-	5
S^{2-}	0,8
CN^-	1
$FE(CN)_6^{4-}$	2

Издание официальное

Окончание таблицы 1

$FE(CN)_6^{3-}$	2
NH_4^+	100
$S_2O_3^{2-}$	200
SO_3^{2-}	70
SCN^-	3
CrO_4^{2-}	1000
PO_4^{3-}	25

В таблице 1 приведены обобщенные данные о концентрациях мешающих соединений в миллиграммах на литр, которые дают увеличение результата на 2 % в присутствии 70 мг/л хлорида.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК ИСО 5667-1:2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ отбора проб.

ИСО 385: 2005* Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки.

ИСО 5667-3: 2003* Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды.

ГОСТ ИСО 5725-1:2006 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2:2006 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-3:2006 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-4:2006 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерения.

ГОСТ ИСО 5725-5:2006 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6:2006 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

---

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9-2007.

3 Принцип

Реакция хлорида с добавленными ионами серебра с образованием нерастворимого хлорида серебра, который выпадает в осадок, поддающийся количественному определению. Добавить небольшое избыточное количество ионов серебра для образования красно-коричневого хромата серебра с ионами хромата, которые были добавлены в качестве индикатора. Эта реакция используется, чтобы обозначить конечную точку титрования. Водородный показатель поддерживается в пределах 5 – 9,5 в течение титрования, чтобы позволить выпасть осадку.

4 Реагенты

Примечание – Все соединения и растворы, содержащие серебро, чувствительны к свету. Соли серебра временно окрашивают кожу в коричневый цвет.

Использовать только реагенты установленной аналитической чистоты и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Нитрат серебра, стандартный титрованный раствор, $c(AgNO_3) \approx 0,02$ моль/л.

Растворить в воде 3,3974 г нитрата серебра $(AgNO_3)$, предварительно высушенного при 105 °С, и разбавить до 1000 мл в мерной колбе с одним делением.

Если раствор хранить в темном месте в бутыли из коричневого стекла со стеклянными пробками, раствор сохраняет стойкость в течение нескольких месяцев. Раствор стандартизируется относительно 10 мл стандартного эталонного раствора хлорида натрия (разведенного до 100 мл) с использованием метода, данного в 6.1, однако регулировать водородный показатель нет необходимости.

4.2 Хромат калия, индикатор, раствор 100 г/л. Растворить 10 г хромата калия (K_2CrO_4) в воде и разбавить до 100 мл.

4.3 Хлорид натрия, стандартный эталонный раствор $c(NaCl) = 0,02$ моль/л. Растворить 1,1688 г хлорида натрия, предварительно высушенного при 105 °С, в воде и разбавить до 1000 мл в мерной колбе с одним делением.

4.4 Азотная кислота, $c(HNO_3) \approx 0,1$ моль/л.

При хранении в стеклянной бутыли этот раствор сохраняет стойкость неопределенно длительное время.

4.5 Гидроокись натрия, раствор, $c(NaOH) \approx 0,1$ моль/л.

4.6 Реагент для улучшения буферной емкости.

Карбонат кальция $(CaCO_3)$ или водородный карбонат натрия $(NaHCO_3)$ в порошковой форме.

5 Аппаратура

Лабораторное оборудование и

5.1 Бюретка вместимостью 25 мл в соответствии с ИСО 385.

Средства измерений, применяемые в сфере осуществления государственного метрологического надзора, подлежат поверке при выпуске из производства или ремонта, эксплуатации и ввозе по импорту после утверждения их типа или метрологической аттестации и регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений.

6 Методика

Отбор проб и сохранение проб в соответствии с СТ РК ИСО 5667-1 и ИСО 5667-3.

6.1 Титрование

Ввести при помощи пипетки порцию для анализа 100 мл или меньшего объема пробы, разведенной до 100мл (объем V_a), либо в белую фарфоровую чашу, либо в коническую колбу или химический стакан, находящиеся на белом фоне.

Если водородный показатель пробы выходит за пределы диапазона 5 – 9,5, отрегулировать водородный показатель, используя азотную кислоту согласно 4.4 или гидроокись натрия согласно 4.5, в зависимости от конкретного случая, и отметить требуемый объем.

Если в пробе присутствуют ионы аммония в концентрациях, превышающих 100 мг/л, отрегулировать водородный показатель, чтобы он составлял 6,5 – 7.

Отрегулировать водородный показатель в одной равной доле, затем взять другую такую же долю и, на этот раз не измеряя водородный показатель, добавить те же самые количества раствора кислоты/ гидроокиси.

Примечание – Если водородный показатель менее 5, предпочтительнее регулировать водородный показатель, используя карбонат кальция или водородный карбонат натрия (см. 4.6). Это улучшит буферную емкость. Добавляемое количество следует подбирать таким образом, чтобы в пробе оставался остаток карбоната, даже после титрования.

Добавить 1 мл индикаторного раствора хромата калия (см. 4.2). Титровать раствор капельным добавлением раствора нитрата серебра, пока окраска раствора не сменится на красновато-коричневую (объем V_s).

После добавления одной капли раствора хлорида натрия (см. 4.3) окраска должна исчезнуть.

Использовать титрованную пробу, обработанную раствором хлорида натрия, для сравнения с последующими титрованиями.

В случае, когда объем титранта превышает 25 мл, повторить анализ, используя бюретку большей вместимости или меньший объем порции для анализа.

6.2 Слепой опыт

Титровать раствор для слепого опыта согласно 6.1, используя 100 мл воды вместо пробы для анализа.

Слепое значение не должно превышать 0,2 мл в соответствии с 4.1. В противном случае проверить чистоту воды.

7 Выражение результатов

7.1 Вычисление

Содержание хлорида pCl в миллиграммах на литр вычисляется по формуле

$$pCl = \frac{(V_s - V_b) \cdot c \cdot f}{V_a} \qquad (1)$$

где pCl – концентрация хлорида в миллиграммах на литр, мг/л;

V_a – объем пробы для анализа (максимум 100 мл, нужно учитывать разбавление), мл;

V_b – объем раствора нитрата серебра, использованного для титрования в слепом опыте, мл;

V_s – объем раствора нитрата серебра (4.1), использованного для титрования пробы, мл;

c – фактическая концентрация, ($AgNO_3$) раствора нитрата серебра, моль/л;

f – степень превращения, f = 35453 мг/моль.

Записать результат с округлением до ближайшего 1,00 мг/л, указав лишь первые три цифры значения.

7.2 Точность

Точность данного метода указана в таблице 2.

8 Отчет об анализе

Отчет должен включать следующую информацию:

- ссылку на настоящий государственный стандарт;
- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- результаты и использованный метод выражения;
- детали любых операций, не включенных в настоящий стандарт или считающихся необязательными, наряду с любыми обстоятельствами, которые могли повлиять на результаты.

Таблица 2 – Данные о точности

Проба	L	N	x мг/л	$\bar{x}$ мг/л	σ_r мг/л	CV_r %	σ_R мг/л	CV_R %
Питьевая вода	11	44	12,57	12,75	0,213	1,7	0,572	4,5
Питьевая вода с добавленными ионами хлорида	9	36	63,79	64,20	0,372	0,6	0,787	1,2
Городская сточная вода	10	39	106,40	106,60	0,676	0,6	1,287	1,2

где

L число лабораторий;

N истинное значение;

x стандартное отклонение воспроизводимости;

$\bar{x}$ стандартное отклонение повторяемости;

σ_r число значений;

CV_r среднее значение;

σ_R коэффициент вариации воспроизводимости;

CV_R коэффициент вариации повторяемости.

Примечание – Значения взяты из межлабораторной проверки, проведенной в ФРГ в 1983 г. согласно в соответствии с ГОСТ ИСО 5725 (ГОСТ ИСО 5725, части 1 – 6), за исключением того, что метод отбрасывания крайних величин был иным.

УДК 556.114:543.243:546.131 **МКС 13.060.50** **КПВЭД 73.10**

Ключевые слова: вода, качество, анализ химический, определение содержания, хлориды, анализ объемный

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru