МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИОНИТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ ХЛОРА

Издание официальное

БЗ 5—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.183.12 : 546.131.06 : 006.354 Группа Л99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИОНИТЫ

Метод определения содержания ионов хлора

ГОСТ 15615—79

Ion exchange rezins. Method for determination of chlorine ions content

МКС 71.100
ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на иониты, выпускаемые в чистом виде, и устанавливает метод определения содержания ионов хлора.

Сущность метода заключается в вытеснении обменных ионов хлора из анионитов раствором азотнокислого натрия, ионов хлора из катионитов — дистиллированной водой с последующим определением ионов хлора в фильтрате меркуриметрическим методом.

1. ПРИБОРЫ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Иономер универсальный ЭВ-74.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г.

Печь муфельная или высокотемпературный электрический шкаф с терморегулятором, обеспечивающим регулирование температуры в диапазоне 500—600 °С.

Мешалка магнитная типа ММ-01.

Установка лабораторная, состоящая из напорной емкости вместимостью не менее 1 $дм^3$, стеклянной колонки внутренним диаметром (25 ± 1) мм и высотой не менее 400 мм, мерной колбы для сбора фильтрата. В нижнюю часть колонки впаян стеклянный фильтр типа ФКП ПОР 250ХС по ГОСТ 25336 или другое фильтрующее устройство, устойчивое к действию кислот и щелочей, не пропускающее зерен ионита размером более 0,25 мм и обладающее малым сопротивлением фильтрации. Нижний конец колонки снабжен краном или зажимом для регулирования скорости фильтрации раствора.

Колба Кн-1 (2)—250 по ГОСТ 25336.

Стакан В (Н)-1(2)—150, 250ТС по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 25 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$ и вместимостью 2 и 10 $см^3$.

Пипетки вместимостью 5, 20 и 100 $см^3$.

Колба 1(2)—1(2)—500, 1000 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(2, 3, 4) — 100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная, отвечающая требованиям ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор концентрированной кислоты в дистиллированной воде в соотношении 1 : 9.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168, х. ч., раствор массовой концентрации 60 $г/дм^3$.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч., раствор, 1 $см^3$ которого соответствует 0,1 мг ионов хлора; готовят следующим образом: 0,1648 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 500—600 °С до постоянной массы, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят раствор до метки.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520, х. ч., рабочие растворы 1 и 2 готовят следующим образом: навески 4,70 и 0,47 г соответственно для рабочих растворов 1 и 2 растворяют в 50 см^3 раствора азотной кислоты (1 : 9) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, доводят раствор до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Индикатор дифенилкарбазон; готовят по ГОСТ 4919.1.

Допускается применение других реактивов, посуды и приборов, по качеству, классу точности и метрологическим характеристикам не уступающих указанным.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Определение титра рабочих растворов азотнокислой окисной ртути

2.1.1. Первоначально определяют объем раствора азотной кислоты, необходимого для доведения pH раствора хлористого натрия до 2,5 ± 0,05.

В стакан вместимостью 150 см^3 переносят пипеткой 20 см^3 (для рабочего раствора 1) или 5 см^3 (для рабочего раствора 2) раствора хлористого натрия и разбавляют дистиллированной водой до 100 см^3. Погружают в стакан электроды иономера, термометр и ставят на магнитную мешалку.

Из бюретки вместимостью 25 см^3 приливают в стакан по каплям раствор азотной кислоты и при постоянном перемешивании доводят pH раствора хлористого натрия до 2,5 ± 0,05. Измеряют объем раствора азотной кислоты, пошедший на титрование.

2.1.2. В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают пипеткой 20 см^3 (для рабочего раствора 1) или 5 см^3 (для рабочего раствора 2) раствора хлористого натрия, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см^3 и приливают из бюретки установленный по п. 2.1.1 объем раствора азотной кислоты. Затем добавляют 15 капель дифенилкарбазона и при постоянном перемешивании титруют рабочим раствором 1 со скоростью не более 0,4 см^3/мин из бюретки вместимостью 2 см^3 или рабочим раствором 2 со скоростью не более 0,8 см^3/мин из бюретки вместимостью 10 см^3 до перехода желтой окраски раствора в фиолетовую.

Одновременно проводят контрольное титрование 100 см^3 дистиллированной воды по пп. 2.1.1 и 2.1.2.

Объем рабочего раствора, израсходованный на титрование, определяют как среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемое расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает 3,0 % относительно среднего значения при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.2. Титры рабочих растворов 1 или 2 (T), мг/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,1 \cdot V_c}{V_1 - V_2},$$

где V_c — объем раствора хлористого натрия с массовой концентрацией ионов хлора точно 0,1 мг/дм^3, взятый для титрования, см^3;

V_1 — объем рабочего раствора 1 и 2, израсходованный на титрование раствора хлористого натрия, см^3;

V_2 — объем рабочего раствора 1 или 2, израсходованный на контрольное титрование, см^3.

2.1.1—2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Определение содержания ионов хлора в анионитах

3.1.1. Анионит вместе с водой помещают в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3, уплотняют постукиванием дна цилиндра о деревянную поверхность до прекращения усадки и доводят объем анионита до 100 см^3.

3.1.2. Пробу отмеренного анионита количественно с помощью дистиллированной воды переносят в стеклянную колонку и сливают избыток воды до уровня анионита. Соединяют колонку с делительной воронкой, заполняют воронку раствором азотнокислого натрия и пропускают его через пробу анионита со скоростью 1 дм^3/ч. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и тщательно перемешивают.

3.1.3. В стакан вместимостью 150 см^3 переносят пипеткой 100 см^3 фильтрата, погружают в

стакан электроды иономера, термометр и помещают стакан на магнитную мешалку. Из бюретки вместимостью 25 см^3 приливают в стакан по каплям раствор азотной кислоты и при постоянном перемешивании доводят pH раствора до 2,5 ± 0,04, измеряют объем раствора, пошедший на подкисление.

3.1.4. Новую пробу фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают из бюретки установленный по п. 3.1.3 объем раствора азотной кислоты, добавляют 15 капель дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой окисной ртути до перехода желтой окраски раствора в фиолетовую.

При содержании в фильтрате менее 5 мг/дм^3 ионов хлора титруют рабочим раствором 2 из бюретки вместимостью 10 см^3 со скоростью не более 0,8 см^3/мин. При большем содержании ионов хлора — рабочим раствором 1 со скоростью не более 0,4 см^3/мин из бюретки вместимостью 2 см^3.

Одновременно проводят контрольное титрование 100 см^3 азотнокислого натрия по пп. 3.1.3 и 3.1.4.

Объем, израсходованный на титрование (V_3, V_4), определяют как среднее арифметическое трех параллельных титрований, допускаемое расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает 3,0 % относительно среднего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.1.5. Содержание ионов хлора в анионитах (X), мг/см^3, вычисляют по формуле

$$X = 10T\frac{(V_3 - V_4)}{V_a},$$

где V_a — объем анионита, см^3;

V_3 — объем рабочего раствора, израсходованный на титрование фильтрата, см^3;

V_4 — объем рабочего раствора, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

T — титр рабочего раствора азотнокислой окисной ртути, мг/см^3.

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемое расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает 5 % относительного среднего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

3.1.3 — 3.1.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2. Определение содержания ионов хлора в катионитах

3.2.1. Около 70 г катионита помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, заливают 100 см^3 дистиллированной воды и оставляют для набухания в течение 2 ч. Набухший катионит с помощью воды, в которой он набухал, переносят в цилиндр вместимостью 100 см^3, уплотняют постукиванием дна цилиндра о деревянную поверхность до прекращения усадки и измеряют объем катионита.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. Пробу отмеренного катионита из цилиндра количественно переносят в стеклянную колонку с помощью дистиллированной воды, в которой катионит набухал, не допуская ее потерь. Избыток воды сливают до уровня катионита в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Соединяют колонку с делительной воронкой, заполняют воронку дистиллированной водой и пропускают ее через пробу катионита со скоростью 2 дм^3/ч, собирая фильтрат в ту же мерную колбу.

3.2.3. Фильтрат тщательно перемешивают и определяют в нем содержание ионов хлора титрованием рабочим раствором 2 из бюретки вместимостью 10 см^3 со скоростью не более 0,8 см^3/мин по пп. 3.1.3 и 3.1.4.

3.2.4. Одновременно в аналогичных условиях по пп. 3.1.3 и 3.1.4 проводят контрольное титрование 100 см^3 дистиллированной воды.

3.2.5. Содержание ионов хлора в катионите (X_1), мг/см^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = 5T\frac{(V_5 - V_6)}{V_к},$$

где $V_к$ — объем пробы катионита, см^3;

V_5 — объем рабочего раствора 2, израсходованный на титрование фильтрата, см^3;

V_6 — объем рабочего раствора 2, израсходованный на контрольное титрование, см^3;

T — титр рабочего раствора 2, мг/см^3.

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемое расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает 5 % относительно среднего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.И. Серенков, А.Б. Пашков, Е.Л. Татевосян, З.В. Климова, Т.Д. Новикова, Э.Е. Петренко

2. **ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.01.79 № 120**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15615—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 4168—79	То же
ГОСТ 4233—77	»
ГОСТ 4461—77	»
ГОСТ 4520—78	»
ГОСТ 4919.1—77	»
ГОСТ 6709—72	»
ГОСТ 18300—87	»
ГОСТ 24104—88	»
ГОСТ 25336—82	»

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ИЗДАНИЕ (август 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1989 г. (ИУС 6—89)**

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *Р.А.Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2003. Подписано в печать 23.09.2003. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 45 экз. С 12181. Зак. 288.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http: //gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru