

Введен в действие
Постановлением Государственного
комитета стандартов
Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. N 1855

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ

Drinking water.
Methods for determination of chloride content

ГОСТ 4245-72

Группа Н09

Взамен
ГОСТ 4245-48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 октября 1972 г. N 1855 срок действия установлен

с 1 января 1974 года
до 1 января 1979 года

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 ртути 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.

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/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 °С, растворяют 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 алюмииневокалиевых 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 K_2CrO_4 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 (К) 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 мути в соответствии с требованиями таблицы.

Характеристика осадка или мути	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 определяют хлориды в концентрации до 100 мг/л. 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 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 определяются 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 РТУТЮ 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 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ 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.
