

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОСТАТОЧНОГО АКТИВНОГО ХЛОРА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ВОДА ПИТЬЕВАЯ****Методы определения
содержания остаточного активного хлора****ГОСТ
18190—72**Drinking water. Methods for determination
of chlorine residual content

МКС 13.060.20

Дата введения **01.01.74**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения содержания остаточного активного хлора.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481* и ГОСТ 2874**.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания активного хлора не должен быть менее 500 см³.
- 1.3. Пробы воды не консервируют. Определение следует проводить немедленно после отбора пробы.

2. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на окислении йодида активным хлором до йода, который титруют тиосульфатом натрия. Озон, нитриты, окись железа и другие соединения в кислом растворе выделяют йод из йодистого калия, поэтому пробы воды подкисляют буферным раствором с pH 4,5.

Йодометрический метод предназначен для анализа воды с содержанием активного хлора более 0,3 мг/дм³ при объеме пробы 250 см³. Метод может быть рекомендован также для окрашенных и мутных вод.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169 и ГОСТ 29251, вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 см³; пипетки без делений 5, 10, 25 см³; бюретка с краном 25, 50 см³; микробюретка 5 см³.

Колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., в кристаллах.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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



Хлороформ (трихлорметан).

Кислота салициловая.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84.

Натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068.

Все реактивы, используемые в анализе, должны быть квалификации «чистые для анализа» (ч. д. а.).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление 0,1 н. раствора серноватистоокислого натрия

25 г тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 0,2 г углекислого натрия (Na_2CO_3) и доводят объем до 1 дм³.

2.3.2. Приготовление 0,01 н. раствора серноватистоокислого натрия

100 см³ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят раствор до 1 дм³. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе более 1 мг/дм³.

2.3.3. Приготовление 0,005 н. раствора серноватистоокислого натрия

50 см³ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят раствор до 1 дм³. Раствор применяют при содержании активного хлора в пробе менее 1 мг/дм³.

2.3.4. Приготовление 0,01 н. раствора двухромовокислого калия

0,4904 г двухромовокислого калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, взвешенного с точностью до $\pm 0,0002$ г, перекристаллизованного и высушенного при 180 °С до постоянной массы, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

2.3.5. Приготовление 0,5 %-ного раствора крахмала

0,5 г растворимого крахмала смешивают с небольшим объемом дистиллированной воды, приливают к 100 см³ кипящей дистиллированной воды и кипятят несколько минут. После охлаждения консервируют, добавляя хлороформ или 0,1 г салициловой кислоты.

2.3.6. Приготовление буферного раствора рН 4,5

102 см³ 1 М уксусной кислоты (60 г ледяной уксусной кислоты в 1 дм³ воды) и 98 см³ 1 М раствора уксуснокислого натрия (136,1 г уксуснокислого натрия $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ в 1 дм³ воды) наливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки дистиллированной водой (предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С, свободной от двуокиси углерода).

2.3.7. Поправочный коэффициент 0,01 н. раствора серноватистоокислого натрия определяют по 0,01 н. раствору двухромовокислого калия следующим образом: в коническую колбу с пришлифованной пробкой помещают 0,5 г йодистого калия, проверенного на отсутствие йода, растворяют в 2 см³ дистиллированной воды, прибавляют 5 см³ серной кислоты (1:4), затем 10 см³ 0,01 н. раствора двухромовокислого калия, добавляют 80 см³ дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 мин. Выделившийся йод титруют тиосульфатом натрия в присутствии 1 см³ крахмала, прибавленного в конце титрования.

2.3.8. Поправочный коэффициент (K) (0,01; 0,005 н. растворов серноватисто-кислого натрия) вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{v},$$

где v — количество серноватисто-кислого натрия, израсходованное на титрование, см³.

2.4. Проведение анализа

В коническую колбу насыпают 0,5 г йодистого калия, растворяют его в 1—2 см³ дистиллированной воды, затем добавляют буферный раствор в количестве, приблизительно равном полуторному значению щелочности анализируемой воды, после чего добавляют 250—500 см³ анализируемой воды. Выделившийся йод оттитровывают 0,005 н. раствором тиосульфата натрия из микробюретки до появления светло-желтой окраски, после чего прибавляют 1 см³ 0,5 %-ного раствора крахмала и раствор титруют до исчезновения синей окраски. При определении щелочности воду предварительно дехлорируют с помощью тиосульфата натрия в отдельной пробе.

При концентрации активного хлора менее 0,3 мг отбирают для титрования бо́льшие объемы воды.

2.5. Обработка результатов

Содержание суммарного остаточного хлора (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot 0,177 \cdot 1000}{V},$$

где v — количество 0,005 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент нормальности раствора тиосульфата натрия;

0,177 — содержание активного хлора, соответствующее 1 см³ 0,005 н. раствора тиосульфата натрия;

V — объем пробы воды, взятый для анализа, см³.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ОСТАТОЧНОГО ХЛОРА ТИТРОВАНИЕМ МЕТИЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении свободным хлором метилового оранжевого, в отличие от хлораминов, окислительный потенциал которых недостаточен для разрушения метилового оранжевого.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770 и ГОСТ 29251, вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 см³; микробюретка с краном 5 см³.

Капельница по ГОСТ 25336.

Чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфо-кислый натрий) по ТУ 6—09—5171.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все реактивы, применяемые для анализа, должны быть квалификации «чистые для анализа» (ч. д. а.).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление 0,005 %-ного раствора метилового оранжевого

50 мг метилового оранжевого растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе и доводят дистиллированной водой до 1 дм³. 1 см³ этого раствора соответствует 0,0217 мг свободного хлора.

3.3.2. Приготовление 5 н. раствора соляной кислоты

В мерную колбу наливают дистиллированную воду, затем медленно добавляют 400 см³ соляной кислоты HCl и доводят дистиллированной водой до 1 дм³.

3.4. Проведение анализа

100 см³ анализируемой воды помещают в фарфоровую чашку, добавляют 2—3 капли 5 н. раствора соляной кислоты и, помешивая, быстро титруют раствором метилового оранжевого до появления исчезающей розовой окраски.

3.5. Обработка результатов

Содержание свободного остаточного хлора (X_1), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,04 + (v \cdot 0,0217) \cdot 1000}{V},$$

где v — количество 0,005 %-ного раствора метилового оранжевого, израсходованное на титрование, см³;

0,0217 — титр раствора метилового оранжевого;

0,04 — эмпирический коэффициент;

V — объем воды, взятый для анализа, см³.

По разности между содержанием суммарного остаточного хлора, определенного йодометрическим методом, и содержанием свободного остаточного хлора, определенного методом титрования метиловым оранжевым, находят содержание хлораминового хлора (X_2):

$$X_2 = X - X_1.$$

4. МЕТОД РАЗДЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ХЛОРА, СВЯЗАННОГО МОНОХЛОРАМИНА И ДИХЛОРАМИНА ПО МЕТОДУ ПЕЙЛИНА**4.1. Сущность метода**

Метод основан на способности разных видов хлора превращать в определенных условиях восстановленную бесцветную форму диэтилпарафенилендиамина в полуокисленную окрашенную форму, которую восстанавливают опять до бесцветной ионами двухвалентного железа. Используется серия титрований раствором соли Мора для определения свободного хлора, монохлорамина и дихлорамина в присутствии диэтилпарафенилендиамина как индикатора. Свободный хлор образует окраску индикатора в отсутствие йодистого калия, монохлорамин дает окраску в присутствии очень маленьких количеств йодистого калия (2—3 мг), а дихлорамин образует окраску лишь в присутствии больших количеств KI (около 1 г) и при стоянии раствора в течение 2 мин. По количеству раствора соли Мора, израсходованному на титрование, определяют содержание того вида активного хлора, за счет которого образуется окрашенная форма индикатора.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770 и ГОСТ 29251,

вместимостью: колбы мерные 100 и 1000 см³; цилиндры мерные 5 и 100 см³; микробюретки 1 и 2 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³; склянки из темного стекла вместимостью 100—200 см³.

Двойная серноокислая соль закиси железа и аммония (соль Мора) по ГОСТ 4208.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный безводный по ГОСТ 11773.

Трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Диэтилпарафенилендиамин оксалат или сульфат.

Все реактивы, применяемые для анализа, должны быть квалификации «чистые для анализа» (ч. д. а.).

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление стандартного раствора соли Мора

1,106 г соли Мора $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде, подкисляют 1 см³ 25 %-ного раствора серной кислоты H_2SO_4 и доводят свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной водой до 1 дм³. 1 см³ раствора соответствует 0,1 мг активного хлора. Если определение проводят в 100 см³ воды, то количество кубических сантиметров соли Мора, израсходованное на титрование, соответствует мг/дм³ хлора или монохлорамина, или дихлорамина. Раствор устойчив в течение месяца. Хранить его следует в темном месте.

4.3.2. Приготовление фосфатного буферного раствора

К 2,4 г фосфорнокислого натрия двузамещенного Na_2HPO_4 и 4,6 г фосфорнокислого калия однозамещенного KH_2PO_4 приливают 10 см³ 0,8 %-ного раствора трилона Б и доводят дистиллированной водой до 100 см³.

4.3.3. Приготовление индикатора диэтилпарафенилендиамина (оксалата или сульфата) 0,1 %-ного раствора

0,1 г диэтилпарафенилендиамина оксалата (или 0,15 г сульфата) растворяют в 100 см³ дистиллированной воды с добавлением 2 см³ 10 %-ного раствора серной кислоты. Раствор индикатора следует хранить в склянке из темного стекла.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Определение содержания свободного хлора

В коническую колбу для титрования помещают 5 см³ фосфатного буферного раствора, 5 см³ раствора диэтилпарафенилендиамина оксалата или сульфата и приливают 100 см³ анализируемой воды, раствор перемешивают. В присутствии свободного хлора раствор окрашивается в розовый цвет, его быстро титруют из микробюретки стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски, энергично перемешивая. Расход соли Мора на титрование (A , см³) соответствует содержанию свободного хлора, мг/дм³.

При наличии в анализируемой воде значительных количеств свободного хлора (более 4 мг/дм³) для анализа следует брать менее 100 см³ воды, так как большие количества активного хлора могут полностью разрушить индикатор.

4.4.2. Определение содержания монохлорамина

В колбу с оттитрованным раствором добавляют кристаллик (2—3 мг) йодис-

того калия, раствор перемешивают. В присутствии монохлорамина мгновенно появляется розовая окраска, которую тотчас же оттитровывают стандартным раствором соли Мора. Количество кубических сантиметров соли Мора, пошедшее на титрование (B , см³), соответствует содержанию монохлорамина, мг/дм³.

4.4.3. Определение содержания дихлорамина

К оттитрованному раствору после определения содержания монохлорамина вновь добавляют около 1 г йодистого калия, перемешивают до растворения соли и оставляют раствор стоять в течение 2 мин. Появление розовой окраски свидетельствует о наличии в воде дихлорамина. Раствор титруют стандартным раствором соли Мора до исчезновения окраски. Расход соли Мора (C , см³) соответствует содержанию дихлорамина, мг/дм³.

4.5. Обработка результатов

Содержание суммарного остаточного активного хлора (X_3), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_3 = A + B + C,$$

где A — содержание свободного хлора, мг/дм³;

B — содержание монохлорамина, мг/дм³;

C — содержание дихлорамина, мг/дм³.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.10.72 № 1967
2. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 9147—80	3.2
ГОСТ 84—76	2.2	ГОСТ 10163—76	2.2
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 10652—73	4.2
ГОСТ 2874—82	1.1	ГОСТ 11773—76	4.2
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 4198—75	4.2	ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 4.2	ГОСТ 27068—86	2.2
ГОСТ 4208—72	4.2	ГОСТ 29169—91	2.2
ГОСТ 4220—75	2.2	ГОСТ 29251—91	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4232—74	2.2, 4.2	ТУ 6—09—5171—84	3.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2, 4.2		

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2120
5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2009 г.