УДК 663.64:543.3:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Метод определения перманганатной окисляемости

Drinking medicinal, medicinal-table and natural-table mineral waters. Method of determination of permanganate oxidation

ГОСТ 23268.12—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2405 срок действия установлен

с 01.01.80
до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на лечебные, лечебно-столовые и природные столовые питьевые минеральной воды и устанавливает перманганатный метод определения окисляемости.

Метод основан на окислении органических веществ раствором марганцовокислого калия в кислой или щелочной средах при кипячении.

Метод позволяет определять количество органических веществ, на окисление которых расходуется до 10 мг/дм³ кислорода.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения окисляемости — не менее 300 см³.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, вместимостью: бюретки 25 см³; пипетки 5 и 20 см³.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: цилиндры 100 см³; колбы 1000 см³.

Колбы конические стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³.

Термометр стеклянный ртутный по ГОСТ 13646—68.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Весы лабораторные аналитические.
Весы технические типа ВЛТ-200.
Калий марганцовокислый фиксанал, 0,1 н. раствор.
Кислота щавелевая фиксанал, 0,1 н. раствор.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Ртуть сернокислая.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.
Стекло часовое.
Фарфор пористый, кусочки.
Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора серной кислоты 1:2

К 50 см³ дистиллированной воды приливают 25 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают до 40 °С и осторожно добавляют 0,01 н. раствор марганцовокислого калия до слабо-розового цвета.

3.2. Приготовление 0,1 н. раствора марганцовокислого калия

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.3. Приготовление 0,01 н. раствора марганцовокислого калия

100 см³ 0,1 н. раствора марганцовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.4. Приготовление 0,1 н. раствора щавелевой кислоты

Раствор готовят из фиксанала. Содержимое ампулы для приготовления 0,1 н. раствора щавелевой кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.5. Приготовление 0,01 н. раствора щавелевой кислоты

100 см³ 0,1 н. раствора щавелевой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

3.6. Приготовление концентрированного раствора гидроокиси натрия

Взвешивают 330 г гидроокиси натрия с погрешностью не более ±0,01 г и растворяют в 670 см³ дистиллированной воды.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению окисляемости мешают присутствующие в пробе сульфид-ионы, нитрит-ионы железа (II)

Содержание сульфид-ионов, нитрит-ионов и ионов железа (II) определяют отдельно, а результат, в пересчете на окисляемость в мг/дм³ потребленного кислорода, вычитают из найденного числового значения величины показателя окисляемости.

1 мг H_2S — соответствует 0,047 мг потребленного кислорода
1 мг NO_2 — » 0,35 мг » »
1 мг Fe (II) — » 0,14 мг » »

4.2. Определение окисляемости в кислой среде (при массовой концентрации в воде хлорид-ионов менее 300 мг/дм³)

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 100 см³ анализируемой воды (при значении окисляемости более чем 10 мг/дм³ потребленного кислорода на анализ берут меньший объем воды), помещают несколько кусочков пористого фарфора, приливают 5 см³ серной кислоты (1 : 2) и 20 см³ 0,01 н. раствора марганцовокислого калия. Колбу накрывают часовым стеклом и кипятят от момента закипания в течение 10 мин.

К горячему раствору приливают 20 см³ 0,01 н. раствора щавелевой кислоты и сразу титруют 0,01 н. раствором марганцовокислого калия до розового цвета. Параллельно проводят холостой опыт. Для этого берут 100 см³ дистиллированной воды и обрабатывают ее также, как и анализируемую воду.

4.3. Определение окисляемости в щелочной среде (при массовой концентрации в воде хлорид-ионов более 300 мг/дм³)

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 100 см³ анализируемой воды (при значении окисляемости больше, чем 10 мг/дм³ потребленного кислорода для анализа берут меньший объем воды), помещают несколько кусочков пористого фарфора, приливают 0,5 см³ концентрированного раствора гидроокиси натрия и 20 см³ 0,01 н. раствора марганцовокислого калия. Колбу накрывают часовым стеклом и кипятят 10 мин от момента закипания. Приливают 5 мл серной кислоты (1:2), 20 см³ 0,01 н. раствора щавелевой кислоты и сразу титруют 0,01 н. раствором марган-

новокислого калия до розового цвета. Параллельно проводят холостой опыт.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Окисляемость (X), мг/дм³, потребленного кислорода вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot \kappa \cdot 8 \cdot 1000}{V_2},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемой воды, см³;

V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование холостой пробы, см³;

κ — нормальность раствора марганцовокислого калия;

8 — грамм-эквивалент кислорода;

V_2 — объем пробы воды, взятый для анализа, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2 %.

gost.e-ecolog.ru