ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОГО ЧИСЛА

СТ РК 1498-2006

(ИСО 8467:1993 «Качество воды. Определение перманганатного числа», MOD)

Издание официальное

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 16 мая 2006 г., № 176

3 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к ИСО 8467:1993 «Качество воды. Определение перманганатного числа», с дополнительными требованиями, отражающие потребности экономики Республики Казахстан, которые выделены в тексте курсивом

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2011 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Определения	1
4	Метод измерений	2
5	Реактивы	2
6	Приборы и оборудование	3
7	Отбор и подготовка проб	4
8	Выполнение измерений	4
9	Выражение результатов	5
10	Отчет об испытаниях	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОГО ЧИСЛА

Дата введения 2007.07.01.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения перманганатного числа воды. В первую очередь он предназначен для воды, используемой человеком в домашнем хозяйстве, для питьевой воды, природных минеральных вод, для воды из плавательных бассейнов и водоёмов для купания. Рассматриваемое число используют для определения параметра "окисляемость". Он применим к водам, с концентрацией хлорид-ионов не более 300 мл/дм^3. Пробы с перманганатным числом более 10 мл/дм^3 необходимо разбавлять перед анализом. Нижний предел оптимального диапазона испытания не должен превышать 0,5 мл/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 2.32-2001 Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений времени и частоты

ГОСТ 8.269-77 Государственная система обеспечения единства измерений. Бюретки измерительные стеклянные для химических неавтоматических газоанализаторов. Методы и средства поверки

ГОСТ 8.520-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы лабораторные и общего назначения. Методика поверки

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

3 Определения

Перманганатное число (воды): Массовая концентрация кислорода, эквивалентная израсходованному количеству ионов перманганата при обработке этим окислителем воды в определённых условиях.

Примечание – Перманганатная окисляемость выражается в миллиграммах кислорода пошедшего на окисление органических веществ, содержащихся в 1 дм^3 воды (мгO_2/дм^3).

Издание официальное

4 Метод измерений

Нагревают пробу в кипящей водяной бане с известным количеством перманганата калия и серной кислотой в течение определённого периода времени (10 мин). Восстанавливают часть перманганата окисляемым веществом в пробе и определяют израсходованное количество перманганата путём добавления избытка раствора натрия щавелевокислого с последующим титрованием его перманганатом.

Примечание - Предлагаемый максимум перманганатного числа порядка 10 мл/дм^3 эквивалентен потреблению примерно 60% добавленного в неразбавленную пробу перманганата.

Метод основан на окислении вещества пробы раствором калия марганцевокислого в серной кислоте. После кипячения в пробу добавляется стандартный раствор щавелевой кислоты, которая реагирует с избытком перманганат-ионов. Избыток щавелевой кислоты оттитровывается стандартным раствором калия марганцевокислого.

Примечание - Определению мешают хлориды (> 300 мл/дм^3), которые можно маскировать добавкой сульфата ртути (II). Железо (II), сульфиды, нитраты также мешают определению. Они определяются другими методами анализа, а затем полученные значения содержания этих примесей вычитаются из результата определения перманганатной окисляемости. 1 мг нитратов потребляет 0,3 мг атомарного кислорода, 1 мг железа (II) – 0,14 мг кислорода.

5 Реактивы

При выполнении анализа необходимо использовать реактивы только установленной аналитической степени чистоты и только дистиллированную воду или воду, полученную обратным осмосом, а также другую воду эквивалентной степени очистки. Нельзя применять деионизированную воду с ионообменных колонок с органическим наполнителем.

Примечание - Воду без окисляемых веществ можно подготовить следующим образом: добавляют 10 см^3 серной кислоты (5.3) и небольшой избыток основного раствора перманганата калия (5.6) к 1 литру дистиллированной воды. Проводят дистилляцию полученной смеси в стеклянной аппаратуре и отбрасывают первые 100 см^3 дистиллята. Полученный дистиллят хранят в стеклянной бутыли со стеклянной пробкой.

Объём потребленного стандартного раствора перманганата калия V_0 (8.4) не должен превышать 0,1 см^3, в противном случае методику необходимо повторить или взять воду с более низким содержанием в ней органики.

5.1 Серная кислота, $\rho(H_2SO_4)$ = 1,84 мл/дм^3, 18 моль/л.

5.2 Серная кислота, $\rho(H_2SO_4)$ = 7,5 моль/л.

Медленно, при постоянном перемешивании мешалкой, добавляют 420 см^3 серной кислоты (5.1) к 500 см^3 воды. Дают остыть и разбавляют до 1 литра.

5.3 Серная кислота, $c(H_2SO_4)$=2 моль/л.

Медленно, при постоянном перемешивании мешалкой, добавляют 110 см^3 серной кислоты (5.1) примерно к 500 см^3 воды. Медленно добавляют

раствор калия марганцевокислого (5.7) до установления слабо розового окрашивания. Дают остыть и разбавляют водой до 1 литра, затем перемешивают.

5.4 Натрий щавелевокислый, основной раствор $c(Na_2C_2O_4$ = 0,05 моль/л).

Высушивают натрий щавелевокислый при (105-110) °С в течение 2 часов. Растворяют 6,700 г высушенного вещества в воде в мерной колбе с одной отметкой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор сохраняет стабильность в течение 6 месяцев при хранении в тёмном месте.

5.5 Натрий щавелевокислый, стандартный раствор, приготовленный в мерной колбе, $c_{(Na_2C_2O_4)}$ = 5 ммоль/л.

Пипеткой, перенося (100±0,25) см^3 основного раствора натрия щавелевокислого (5.4) в мерную колбу с одной отметкой, вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Такой раствор точной концентрации сохраняет стабильность 2 недели.

Примечание - Допускается использование имеющихся в продаже растворов.

5.6 Перманганат калия, основной раствор $c(KMnO_4)\approx$20 ммоль/л

Растворяют 3,2 г перманганата калия в воде и доводят объём до 1000 см^3. Нагревают раствор до (90-95) °С в течение 2 часов, охлаждают, и выдерживают не менее 2 дней. Декантируют отстоявшийся раствор и хранят в посуде тёмного стекла.

5.7 Перманганат калия, титрованный раствор $c(KMnO_4)\approx$2 ммоль/л.

Пипеткой помещают 100 см^3 основного раствора перманганата калия (5,6) в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают.

Указанный раствор относительно стабилен в течение нескольких месяцев, при условии хранения в темноте. Методика, описанная в 8.5, автоматически позволяет включить эту точную концентрацию в расчёты по 9.1.

6 Приборы и оборудование

При выполнении требований настоящего стандарта используют обычное лабораторное оборудование.

6.1 Водяная баня, с держателем для пробирок или специальных трубок для испытаний достаточной вместимости, позволяющей в них одновременно быстро нагревать растворы и выдерживать их при температуре от 96 до 98°С на стадиях нагревания и прохождения реакции.

6.2 Пробирки, длиной от 150 до 200 мм, диаметром (25-35) мм и толщиной стенки от 0,5 до 1,0 мм, предназначенные только для определения перманганатного числа.

Очищают все новые пробирки нагреванием с подкисленным раствором

перманганата. Затем чистоту посуды проверяют проведением холостых определений до получения постоянных и адекватно низких значений.

Типовое значение V_0 для холостого опыта не превышает 0,1 см^3.

6.3 Бюретка, вместимостью 10 см^3, предпочтительно поршневого типа, градуированная, с ценой деления 0,02 см^3 и соответствующая требованиям *ГОСТ 8.269.*

6.4 Мерные колбы, вместимостью 100 см^3 и 1000 см^3.

6.5 Мерные пипетки, вместимостью 5, 10, 25, 50 и 100 см^3, *по ГОСТ 29228.*

6.6 *Весы*, *по ГОСТ 8.520.*

6.7 *Измерение времени*, *по СТ РК 2.32.*

7 Отбор и подготовка проб

Сразу же после отбора пробы и доставки её в лабораторию добавляют 5 см^3 серной кислоты (5. 2) на литр пробы, если это не было сделано при отборе пробы в полевых условиях, независимо от того, будет ли проба храниться до анализа.

Пробы необходимо анализировать как можно скорее, не позднее, чем через 2 дня после пробоотбора. Если хранение пробы продлится более 6 часов, их нужно держать в темноте при температуре от 0° до 5°С.

Перемешать бутыли с хранящимися в них пробами и удостовериться в гомогенности пробы перед отбором порции для анализа.

8 Выполнение измерений

8.1 Удостовериться в том, что все применяемые по методике колбы и пробирки (6.2) совершенно чистые.

8.2 Разбавляют пробы с высоким перманганатным числом так, чтобы после разбавления это число находилось в диапазоне от 0,5 до 10 мл/дм^3.

8.3 Отбирают пипеткой с одной меткой (25,0 ± 0,25) см^3 пробы для испытаний (или разбавленной пробы для испытаний) в пробирку. Добавляют (5 ± 0,5) см^3 серной кислоты (5.3) и осторожно перемешивают.

Помещают пробирку в кипящую баню (6.1) и нагревают до (80-90) ^{0}С (но не до кипения) в течение (10 ± 12) мин.

Добавляют (5 ± 0,05) см^3 раствора перманганата калия (5,7) и начинают отсчёт времени.

Через (10 ± 15) с добавляют (5 ± 0,05) см^3 стандартного раствора натрия щавелевокислого (5,5) и ожидают обесцвечивания раствора. Титруют в горячем состоянии раствором калия марганцевокислого (5.7) до слабо розового окрашивания, которое сохраняется 30 с. Отмечают объём V_1 израсходованного раствора калия марганцевокислого.

8.4 Параллельно с определением выполняют холостой опыт по той же методике, заменив анализируемую порцию пробы 25 см^3 дистиллированной воды.

Отмечают объём V_0 израсходованного раствора перманганата.

Оставляют оттитрованный раствор для стандартизации раствора перманганата калия (5.7), как описано в 8.5.

8.5 К оттитрованному раствору, оставленному от холостого опыта (8.4) добавляют (5,00 ± 0,05) $см^3$ стандартного раствора натрия щавелевокислого (5.5). Нагревают раствор ещё раз до температуры примерно 80°С и титруют раствором калия марганцевокислого (5.7) до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего примерно 30 с. Отмечают объём израсходованного раствора перманганата V_2.

Примечание - Удобно оставлять титрованные растворы в пробирках до следующего определения перманганатного числа.

9 Выражение результатов

9.1 Расчёты

Рассчитывают перманганатное число I_{Mn}, выраженное в миллиграммах кислорода на литр по следующему уравнению:

$$I_{Mn} = \frac{V_1 - V_0}{V_2} \cdot f \qquad (1)$$

где

V_0 - объём раствора перманганата, израсходованного на холостое титрование (8.4), в миллилитрах;

V_1 - объём раствора калия марганцевокислого, израсходованного на титрование анализируемой порции (8.3), в миллилитрах;

V_2 - объём раствора калия марганцевокислого, израсходованного на стандартизированное титрование (8.5), в миллилитрах;

f - фактор для пересчёта на кислород для использованного объёма пробы, в миллиграммах на литр; f рассчитывают по формуле:

$$f = \frac{V_4 \cdot c(Na_2C_2O_4) \cdot M_0 \cdot 1\,000}{1\,000 \cdot V_5} \qquad (2)$$

где,

V_4 - объём стандартного раствора натрия щавелевокислого (5.5), использованного для определения согласно 8,5 (здесь: 5), в миллилитрах;

$c(Na_2C_2O_4)$ - количество концентрации вещества стандартного титрованного раствора натрия щавелевокислого (5.5) (здесь: 5), в миллимолях на литр;

1000 - (числитель) - фактор пересчёта $c(Na_2C_2O_4)$ с ммоль/л в ммоль/мл, в миллилитрах на литр;

M_0 - молярная масса для пересчёта на кислород (здесь:16), в миллиграммах кислорода на миллимоль;

V_5 - использованный объём пробы, в миллилитрах (здесь: 25);

1000 – знаменатель - фактор пересчёта измеренного объёма на I литр объёма пробы, в миллилитрах на литр.

9.2 Точность

Таблица 1 - Межлабораторные стандартные отклонения

Проба	Установленное перманганатное число	Стандартное отклонение	Число степеней свободы
	мл/дм^3	мл/дм^3	
Вода из крана[1)]	от 1,28 до 1,94	от 0,06 до 0,21	10
Резорцинол(1,0 мл/дм^3)	от 1,63 до 2,04	от 0,06 до 0,20	10
Резорцинол[2)] (6,0 мл/дм^3);	от 9,32 до 10,28	от 0,07 до 0,27	10
Различные виды сырой и питьевой воды[3)]	от 0,23 до 8,17	от 0,05 до 0,60	Варьируется до 10

[1)] Диапазон результатов, полученных, для воды из крана, проанализированной в шести лабораториях N.B. На диапазон установленных значений возможно влияние нестабильности проб.
[2)] Диапазон результатов, полученных в семи лабораториях, для раствора резорцинола, определённый в отдельных лабораториях из распределённой пробы резорцинола.
[3)] Диапазон стандартных отклонений для разных видов сырой и питьевой воды; данные получены из 5 лабораторий.

10 Отчёт об испытаниях

Отчёт об испытаниях должен включать следующую информацию:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) точная идентификация пробы;

c) любая предварительная обработка пробы, например, фильтрация, седиментация, которые могут повлиять на результат;

d) результаты, выраженные в миллиграммах на литр;

e) любые нарушения методики, любые обстоятельства, оказывающие влияние на результат.

УДК 613.31/.34 **МКС 13.060.50**

Ключевые слова: качество воды, анализ воды, химический анализ, перманганатная окисляемость.

gost.e-ecolog.ru