ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 8467-2009

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ

Якасць вады

ВЫЗНАЧЭННЕ ПЕРМАНГАНАТНАЙ АКІСЛЯЛЬНАСЦІ

(ISO 8467:1993, IDT)

Издание официальное

БЗ 5-2009



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.382(083.74)(476) МКС 13.060.45 КП 06 IDT
Ключевые слова: качество, вода, определение, перманганатная окисляемость

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 июля 2009 г. № 37

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8467:1993 Water quality. Determination of permanganate index (Качество воды. Определение перманганатного числа).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Физические, химические и биохимические методы» технического комитета по стандартизации ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международного стандарта, на который дана ссылка, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В стандарт внесено следующее редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в целях соблюдения принятой терминологии.

В настоящем стандарте термин «перманганатное число» заменен на термин «перманганатная окисляемость» в целях соблюдения принятой терминологии.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылка на международный стандарт актуализирована.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2009

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 1
6 Аппаратура 2
7 Подготовка проб 3
8 Методика определения 3
9 Обработка результатов 3
9.1 Вычисление 3
9.2 Точность результатов испытаний 4
10 Протокол испытаний 4

Введение

Перманганатная окисляемость является показателем, характеризующим содержание в воде окисляемых органических и минеральных веществ, и служит для оценки качества питьевой воды, поверхностных и подземных вод. Определение перманганатной окисляемости в сильно загрязненной воде осуществляют после ее предварительного разбавления. Перманганатная окисляемость может быть определена для воды с содержанием хлорид-ионов менее 500 мг/л. Химические соединения, относящиеся к восстановителям, такие как соли железа (II), нитриты или гидросульфиды, не являются загрязнениями, но могут влиять на значение перманганатной окисляемости.

Перманганатная окисляемость не является показателем для оценки теоретической потребности в кислороде или общего содержания органического вещества. Многие органические соединения не полностью окисляются при их обработке раствором перманганата калия при определении перманганатной окисляемости. Летучие вещества, испаряющиеся до добавления раствора перманганата калия, также не могут повлиять на величину значения перманганатной окисляемости.

Метод не рекомендуется применять для определения нагрузки по загрязнениям в сточных водах, для этой цели определяется химическая потребность в кислороде в соответствии с требованиями, установленными в ISO 6060:1989 «Качество воды. Определение химической потребности в кислороде».

Метод прост и удобен для исследования большого количества проб воды.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ

Якасць вады
ВЫЗНАЧЭННЕ ПЕРМАНГАНАТНАЙ АКІСЛЯЛЬНАСЦІ

Water quality
Determination of permanganate oxidizability

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду [в том числе фасованную (бутилированную)], минеральную, минерализованную, искусственно минерализованную, используемую для хозяйственно-бытовых нужд, а также на воду из плавательных бассейнов и устанавливает метод определения перманганатной окисляемости. Метод применим к воде с содержанием хлорид-ионов менее 300 мг/л. Пробы, имеющие перманганатную окисляемость выше 10 мг/л, перед определением должны быть разбавлены. Наименьшее значение диапазона определения составляет 0,5 мг/л.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 385:2005 [1] Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки

3 Термины и определения

3.1 перманганатная окисляемость (permanganate oxidizability): Массовая концентрация кислорода, эквивалентная по величине количеству перманганат-ионов, израсходованных на обработку пробы воды при определенных условиях.

4 Сущность метода

Пробу нагревают в кипящей водяной бане с известным количеством раствора перманганата калия и серной кислоты в течение определенного периода времени (10 мин). Часть перманганат-ионов восстанавливается окисляемыми веществами, содержащимися в пробе, а их остатки реагируют с добавленным в избытке раствором оксалата натрия. Избыток оксалат-ионов титруют раствором перманганата калия.

Примечание 1 – Максимальное значение диапазона определения перманганатной окисляемости в неразбавленной пробе 10 мг/л эквивалентно расходу около 60 % добавленных перманганат-ионов.

5 Реактивы

Для определения перманганатной окисляемости используют только реактивы, предназначенные для аналитических работ, дистиллированную или полученную методом обратного осмоса воду или не хуже их по показателям качества. Запрещается использование деионизированной воды, полученной с помощью органического ионообменника.

Примечание 2 – Вода, свободная от химических соединений, относящихся к восстановителям, может быть приготовлена следующим образом. К 1 000 мл дистиллированной воды добавляют 10 мл серной кислоты (5.3) и небольшой избыток исходного раствора перманганата калия (5.6). Подготовленную таким образом

[1] Действует взамен ISO 385-1:1984.

Издание официальное

воду перегоняют через дистиллятор, состоящий полностью из стеклянных деталей. Первые 100 мл полученного дистиллята сливают. Хранят полученную дистиллированную воду в стеклянной бутылке со стеклянной притертой пробкой.

Если объем перманганата калия, израсходованный на титрование V_0 (8.4), превышает 0,1 мл, процедуру следует повторить или использовать воду с более низким содержанием органических веществ.

5.1 Серная кислота с плотностью ρ (H_2SO_4) = 1,84 г/мл концентрации 18 моль/л.

5.2 Раствор серной кислоты концентрации *c* (H_2SO_4) = 7,5 моль/л

К 500 мл воды при постоянном перемешивании медленно добавляют 420 мл серной кислоты (5.1). Объем раствора после охлаждения доводят водой до 1 000 мл.

5.3 Раствор серной кислоты концентрации *c* (H_2SO_4) = 2 моль/л

К 500 мл воды (приблизительно) при постоянном перемешивании медленно добавляют 110 мл серной кислоты (5.1). К полученному раствору добавляют раствор перманганата калия (5.7) до получения устойчивого бледно-розового цвета. Объем раствора после охлаждения доводят водой до 1 000 мл и перемешивают.

5.4 Исходный раствор оксалата натрия концентрации *c* ($Na_2C_2O_4$) = 0,05 моль/л

В мерной колбе вместимостью 1 000 мл растворяют в воде 6,700 г оксалата натрия, предварительно высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, и доводят до метки водой.

Срок хранения раствора в темном месте – 6 мес.

5.5 Стандартный титрованный раствор оксалата натрия концентрации *c* ($Na_2C_2O_4$) = 5 ммоль/л

В мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1 000 мл пипеткой вносят (100,00 ± 0,25) мл исходного раствора оксалата натрия, доводят до метки водой и перемешивают.

Срок хранения раствора – 14 сут.

Примечание 3 – Допускается использование готовых растворов, имеющихся в продаже.

5.6 Исходный раствор перманганата калия концентрации *c* ($KMnO_4$) ≈ 20 ммоль/л

Растворяют около 3,2 г перманганата калия в воде и доводят до 1 000 мл. Раствор нагревают при температуре 90 °С – 95 °С в течение 2 ч, охлаждают и оставляют на хранение. По истечении не менее 2 сут светлый раствор декантируют и хранят в темной бутылке.

5.7 Титрованный раствор перманганата калия концентрации *c* ($KMnO_4$) ≈ 2 ммоль/л

В мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1 000 мл пипеткой вносят 100 мл исходного раствора перманганата калия (5.6), доводят до метки водой и перемешивают.

Титрованный раствор хранят в темном месте в течение нескольких месяцев. Процедура, описанная в 8.5, автоматически учитывает точную концентрацию раствора, включаемую в расчет согласно 9.1.

6 Аппаратура

Должно быть использовано нижеуказанное оборудование, а также стандартное лабораторное оборудование.

6.1 Водяная баня со штативом для пробирок достаточной вместимости и мощности, чтобы растворы во всех пробирках быстро достигали температуры 96 °С – 98 °С, которая поддерживалась как в течение начального нагревания, так и на всех этапах реакции.

6.2 Пробирки длиной 150 – 200 мм, диаметром 25 – 35 мм и толщиной стенки 0,5 – 1 мм. Эти пробирки должны использоваться исключительно для определения перманганатной окисляемости.

Все новые пробирки очищают нагреванием с подкисленным раствором перманганата калия. Их проверяют, выполняя холостые определения, до сих пор, пока значения не станут низкими и постоянными.

Значение V_0, как правило, не должно превышать 0,1 мл.

6.3 Бюретка вместимостью 10 мл, предпочтительно поршневого типа, градуированная по 0,02 мл, соответствующая требованиям, установленным в ISO 385.

6.4 Колбы мерные вместимостью 100, 1 000 мл.

6.5 Градуированные пипетки вместимостью 5, 10, 25, 50 и 100 мл.

7 Подготовка проб

При поступлении проб в лабораторию независимо от того, будет ли сразу проводиться определение, необходимо немедленно добавлять в них серную кислоту (5.2) из расчета 5 мл/л. Данную операцию проводят только в случае, если она не была проведена при отборе проб.

Определение проводят как можно быстрее, но не позднее 2 сут после отбора проб. Если определение будет проводиться не раньше 6 ч после отбора проб, тогда пробы необходимо хранить в темном месте при температуре 0 °С – 5 °С.

Непосредственно перед определением необходимо встряхнуть бутылку с пробой и убедиться в ее однородности.

8 Методика определения

8.1 Проверяют, чтобы все колбы и пробирки, используемые при определении, были совершенно чистыми (6.2).

8.2 Пробы с высокими значениями перманганатной окисляемости разбавляют таким образом, чтобы после их разбавления значения перманганатной окисляемости находились в диапазоне 0,5 – 10 мг/л.

8.3 В пробирку пипеткой вводят (25,00 ± 0,25) мл исследуемого образца (или разбавленного исследуемого образца). Добавляют (5,0 ± 0,5) мл серной кислоты (5.3) и осторожно перемешивают вращательными движениями.

Пробирку помещают в кипящую водяную баню (6.1) на (10 ± 2) мин.

Добавляют (5,00 ± 0,05) мл титрованного раствора перманганата калия (5.7) и начинают отсчет времени.

Спустя 10 мин ± 15 с добавляют (5,00 ± 0,05) мл стандартного титрованного раствора оксалата натрия (5.5) и ожидают, пока раствор станет бесцветным. Титруют, пока он горячий, титрованным раствором перманганата калия (5.7) до бледно-розового цвета, который сохраняется в течение приблизительно 30 с. Регистрируют значение израсходованного объема раствора перманганата калия V_1.

8.4 Параллельно с определением перманганатной окисляемости исследуемого образца, применяя ту же методику, проводят испытание холостой пробы – 25 мл воды. Регистрируют значение израсходованного объема раствора перманганата калия V_0.

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

8.5 К оттитрованному раствору, хранящемуся после испытания холостой пробы (8.4), добавляют (5,00 ± 0,05) мл стандартного титрованного раствора оксалата натрия (5.5). Если необходимо, раствор повторно нагревают приблизительно до 80 °С и титруют титрованным раствором перманганата калия (5.7) до появления бледно-розового цвета, который сохраняется в течение приблизительно 30 с. Регистрируют значение израсходованного объема раствора перманганата калия V_2.

Примечание 4 – Согласно установившейся практике оттитрованные растворы оставляют в пробирках до следующего определения перманганатной окисляемости.

9 Обработка результатов

9.1 Вычисление

Перманганатную окисляемость I_{Mn}, мг/л, вычисляют по формуле

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

где V_0 – объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование холостой пробы (8.4), мл;

V_1 – объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование пробы исследуемого образца (8.3), мл;

V_2 – объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование при стандартизации раствора перманганата калия (8.5), мл;

f – коэффициент пересчета на кислород, учитывающий объем пробы исследуемого образца, взятый для определения, мг/л, вычисляемый по формуле

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

где V_4 – объем стандартного титрованного раствора оксалата натрия (5.5), используемый при определении согласно 8.5 (по настоящему стандарту равен 5), мл;

$c\,(Na_2C_2O_4)$ – концентрация стандартного титрованного раствора оксалата натрия (5.5) (по настоящему стандарту равна 5), ммоль/л;

1 000 – (числитель) коэффициент пересчета концентрации $c\,(Na_2C_2O_4)$, выраженной в ммоль/л на ммоль/мл, мл/л;

M_0 – молярная масса для пересчета на кислород (равна 16), мгО/ммоль;

V_5 – объем пробы исследуемого образца, взятый для определения (по настоящему стандарту равен 25), мл;

1 000 – (знаменатель) коэффициент пересчета на 1 л исследуемого образца, мл/л.

9.2 Точность результатов испытаний

9.2.1 Внутрилабораторное стандартное отклонение

Таблица 1

Наименование пробы	Значение перманганатной окисляемости	Стандартное отклонение	Число степеней свободы
	мг/л	мг/л	
Вода, полученная из водопроводной сети [1)]	1,28 – 1,94	0,06 – 0,21	10
Резорцин [2)] (1,0 мг/л)	1,63 – 2,04	0,06 – 0,20	10
Резорцин [2)] (6,0 мг/л)	9,32 – 10,28	0,07 – 0,27	10
Вода питьевая, поверхностная и подземная вода [3)]	0,23 – 8,17	0,05 – 0,60	Различное, до 10

[1)] Указан диапазон результатов определения, полученных в шести лабораториях, при испытании воды из водопроводной сети. Настоящую область значений не следует считать индикатором наличия систематической погрешности измерения в связи с возможной нестабильностью пробы.

[2)] Указан диапазон результатов определения, полученных в семи лабораториях, при испытании раствора резорцина, изготовленного в каждой лаборатории из полученного образца резорцина.

[3)] Указан диапазон стандартных отклонений для питьевой воды, поверхностных и подземных вод, полученных в пяти лабораториях.

9.2.2 Общее стандартное отклонение

Таблица 2

Наименование пробы	Значение перманганатной окисляемости	Стандартное отклонение	Число степеней свободы
	мг/л	мг/л	
Резорцин [1)] (1,0 мг/л)	1,83	0,10	20
Резорцин [1)] (6,0 мг/л)	9,95	0,12	23

[1)] Общее стандартное отклонение получено в одной лаборатории при испытании серии проб.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) сведения, позволяющие полностью идентифицировать пробу;

c) сведения о предварительных обработках пробы, которые могут повлиять на результаты определения, например фильтрация, седиментация;

d) результаты определения, округленные до второго десятичного знака и выраженные в миллиграммах на литр;

e) отклонения от методики, указанной в настоящем стандарте, а также операции, проводимые в процессе определения, которые не предусмотрены настоящим стандартом, и другие обстоятельства, которые могут повлиять на результаты определения.

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 21.07.2009. Подписано в печать 20.08.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,04 Уч.- изд. л. 0,40 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0549409 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru