

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения
содержания остаточного озонаГОСТ
18301—72Drinking water.
Methods of determination of ozone residual contentДата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает йодометрический метод определения содержания остаточного озона. Определение основано на окислении озона йодидом до йода, который титруют раствором серноватистокислого натрия. Чувствительность метода 0,05 мг/дм³ O₃.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874* и ГОСТ 24481**.
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания остаточного озона не должен быть менее 1 дм³.
- 1.3. Пробы воды, предназначенные для определения остаточного озона, не консервируют. Определение следует проводить сразу же после отбора пробы. Устойчивость растворов остаточного озона падает с повышением температуры и рН.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Промывалки для газа вместимостью 500 и 1000 см³.

Баллон с сжатым воздухом или азотом.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227 и ГОСТ 29251, вместимостью: цилиндры мерные 250 и 1000 см³; пипетки 2—5 и 10 см³ с делениями 0,1 см³; микробюретка 2 см³.

Колбы конические вместимостью 250 и 500 см³ с притертыми пробками по ГОСТ 25336.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068.

Кислота салициловая.

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

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

Хлороформ (реактив).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного стандартного 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия

25 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 дм³. Поправочный коэффициент раствора определяют по 0,1 н. раствору двухромовокислого калия.

3.2. Приготовление рабочего стандартного 0,005 н. раствора серноватистокислого натрия

50 см³ 0,1 н. основного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют свежепрокипяченной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 дм³. 1 см³ раствора содержит 0,120 мг озона. Титр раствора проверяют ежедневно по 0,005 н. раствору двухромовокислого калия.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора двухромовокислого калия

4,937 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, перекристаллизованного и высущенного при 180 °С, вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем до 1 дм³.

3.4. Приготовление 0,005 н. раствора двухромовокислого калия

50 см³ 0,1 н. раствора вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют дистиллированной водой и доводят объем до 1 дм³.

3.5. Приготовление раствора йодистого калия

20 г йодистого калия растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³. Используют свежеприготовленный раствор.

3.6. Приготовление 1 н. раствора серной кислоты

28 см³ концентрированной H_2SO_4 осторожно, небольшими порциями, добавляют к 750 см³ дистиллированной воды, охлаждают и доводят объем до 1 дм³.

3.7. Кислота серная, разбавленная 1:4 (по объему)

3.8. Приготовление 0,5 %-ного раствора крахмала

5 г растворимого крахмала смешивают с 50 см³ холодной дистиллированной воды и приливают к 950 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор консервируют добавлением 1,25 г салициловой кислоты или 1—2 см³ хлороформа.

3.9. Определение поправочного коэффициента раствора серноватистокислого натрия

В коническую колбу с притертой пробкойсыпают 0,5 г сухой соли йодистого калия, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды, прибавляют 5,0 см³ разбавленного раствора серной кислоты (1:4) и 10 см³ 0,1 н. или 0,005 н. раствора двухромовокислого калия и 50 см³ дистиллированной воды. Оставляют раствор стоять в темном месте в течение 6 мин. Затем титруют выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия соответствующей нормальности в присутствии крахмала, прибавляемого под конец титрования.

Поправочный коэффициент (K) определяют по формуле

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

где a — количество серноватистокислого натрия, пошедшее на титрование, см^3 .

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 10 см^3 2,0 %-ного раствора йодистого калия, 20 см^3 1,0 н. раствора серной кислоты и 200 — 250 см^3 исследуемой воды. Пользуясь микробюреткой, титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого натрия до соломенно-желтой окраски раствора, прибавляют 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

При содержании нитритов, железа или других соединений, способных выделить йод из йодистого калия, вносят следующие изменения в методику определения содержания озона.

Из исследуемой воды, объемом 800 см^3 , отобранный в промывалку для газа вместимостью 1 дм^3 , вытесняют озон воздухом или азотом, пропуская его через пористую пластинку со скоростью $0,1$ — $0,2 \text{ дм}^3/\text{мин}$, в течение не менее 5 мин. Вытесняемый озон поглощается во второй промывалке, содержащей 400 см^3 раствора йодистого калия и соединенной с первой с помощью стеклянных или коротких пластмассовых трубок (резиновые трубы не следует применять).

После окончания вытеснения озона содержимое второй промывалки переносят в колбу, добавляют 20 см^3 1,0 н. раствора серной кислоты (рН около 2,0) и титруют раствором серноватистокислого натрия, как было описано выше. Параллельно с определением озона проводят холостой опыт на дистиллированной воде для обнаружения возможного загрязнения реактивов. Для этого к 200 см^3 дистиллированной воды добавляют 10 см^3 раствора йодистого калия, 20 см^3 раствора серной кислоты и 2 см^3 раствора крахмала. При появлении синей окраски титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого натрия до бесцвечивания раствора.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание озона (X), $\text{мг}/\text{дм}^3$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a - b) K \cdot H \cdot 24 \cdot 1000}{V},$$

где a — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование пробы, см^3 ;

b — количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование холостой пробы, см^3 ;

K — поправочный коэффициент к нормальности раствора серноватистокислого натрия;

H — нормальность раствора серноватистокислого натрия;

24 — содержание озона, соответствующее 1 см^3 1 н. раствора серноватистокислого натрия, мг ;

V — объем пробы, взятый для определения, см^3 .

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.12.72 № 2332

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 1770-74	2	ГОСТ 10163-76	2
ГОСТ 2874-82	1.1	ГОСТ 24481-80	1.1
ГОСТ 4204-77	2	ГОСТ 25336-82	2
ГОСТ 4220-75	2	ГОСТ 27068-86	2
ГОСТ 4232-74	2	ГОСТ 29227-91	2
ГОСТ 6709-72	2	ГОСТ 29251-91	2

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2120

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ