



## **ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

---

### **КАЧЕСТВО ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОГО ЧИСЛА**

**СТ РК 1498-2006**

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

**Издание официальное**

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

**Астана**

**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  
ПЕРИОДICНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2011 год  
5 лет

**5 ВВЕДЕN В ПЕРВЫЕ**

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  $\text{мл/дм}^3$ . Пробы с перманганатным числом более 10  $\text{мл/дм}^3$  необходимо разбавлять перед анализом. Нижний предел оптимального диапазона испытания не должен превышать 0,5  $\text{мл/дм}^3$ .

### 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.

*П р и м е ч а н и е – Перманганатная окисляемость выражается в миллиграммах кислорода пошедшего на окисление органических веществ, содержащихся в 1  $\text{дм}^3$  воды ( $\text{мгO}_2/\text{дм}^3$ ).*

---

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.

**П р и м е ч а н и е -** Предлагаемый максимум перманганатного числа порядка 10 мл/дм<sup>3</sup> 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.*

**П р и м е ч а н и е -** Определению мешают хлориды (> 300 мл/дм<sup>3</sup>), 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 вычитываются 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 дистиллиированную воду или воду, полученную обратным осмосом, а также другую воду эквивалентной степени очистки. Нельзя применять деионизированную воду с ионообменных колонок с органическим наполнителем.

**П р и м е ч а н и е -** Воду без окисляемых веществ можно подготовить следующим образом: добавляют 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, в противном случае методику необходимо повторить или взять воду с более низким содержанием в ней органики.

**5.1 Серная кислота,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ мл/дм}^3$ , 18 моль/л.**

**5.2 Серная кислота,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 7,5 \text{ моль/л.}$**

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

**5.3 Серная кислота,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2 \text{ моль/л.}$**

Медленно, при постоянном перемешивании мешалкой, добавляют 110 см<sup>3</sup> серной кислоты (5.1) примерно к 500 см<sup>3</sup> 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  $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 0,05 \text{ моль/л})$ .

Высушивают натрий щавелевокислый при (105-110) °C в течение 2 часов. Растворяют 6,700 г высшенного вещества в воде в мерной колбе с одной отметкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. 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,  $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 5 \text{ ммоль/л}$ .

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

Такой раствор точной концентрации сохраняет стабильность 2 недели.

П р и м е ч а н и е - Допускается использование имеющихся в продаже растворов.

**5.6 Перманганат калия**, основной раствор  $c(\text{KMnO}_4) \approx 20 \text{ ммоль/л}$

Растворяют 3,2 г перманганата калия в воде и доводят объём до 1000 см<sup>3</sup>. Нагревают раствор до (90-95) °C 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  $c(\text{KMnO}_4) \approx 2 \text{ ммоль/л}$ .

Пипеткой помещают 100 см<sup>3</sup> основного раствора перманганата калия (5.6) в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. 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 Водянная 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°C 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

# **СТ РК 1498-2006**

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<sup>3</sup>.

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

**6.4 Мерные колбы**, вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 1000 см<sup>3</sup>.

**6.5 Мерные пипетки**, вместимостью 5, 10, 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> серной кислоты (5.2) на литр пробы, если это не было сделано при отборе пробы в полевых условиях, независимо от того, будет ли пробы 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°C.

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<sup>3</sup>.

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

Помещают пробирку в кипящую баню (6.1) и нагревают до (80-90) °C (но не до кипения) в течение (10 ± 12) мин.

Добавляют (5 ± 0,05) см<sup>3</sup> раствора перманганата калия (5.7) и начинают отсчёт времени.

Через (10 ± 15) с добавляют (5 ± 0,05) см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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  $(5,00 \pm 0,05)$  см<sup>3</sup> стандартного раствора натрия щавелевокислого (5.5). Нагревают раствор ещё раз до температуры примерно 80°C и титруют раствором калия марганцевокислого (5.7) до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего примерно 30 с. Отмечают объём израсходованного раствора перманганата  $V_2$ .

**П р и м е ч а н и е -** Удобно оставлять титрованные растворы в пробирках до следующего определения перманганатного числа.

## 9 Выражение результатов

### 9.1 Расчёты

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

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

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:

$$f = \frac{V_4 \cdot c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot M_0 \cdot 1\,000}{1\,000 \cdot V_5} \quad (2)$$

где,

$V_4$  - объём стандартного раствора натрия щавелевокислого (5.5), использованного для определения согласно 8.5 (здесь: 5), в миллилитрах;

$c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$  - количество концентрации вещества стандартного титрованного раствора натрия щавелевокислого (5.5) (здесь: 5), в миллимолях на литр;

1000 - (числитель) - фактор пересчёта  $c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$  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 1 литр объёма пробы, в миллилитрах на литр.

## 9.2 Точность

Таблица 1 - Межлабораторные стандартные отклонения

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

<sup>1)</sup> Диапазон результатов, полученных, для воды из крана, проанализированной в шести лабораториях Н. В. На диапазон установленных значений возможно влияние нестабильности проб.

<sup>2)</sup> Диапазон результатов, полученных в семи лабораториях, для раствора резорцинола, определённый в отдельных лабораториях из распределённой пробы резорцинола.

<sup>3)</sup> 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:

- а) ссылка на настоящий стандарт;
- б) точная идентификация пробы;
- с) любая предварительная обработка пробы, например, фильтрация, седиментация, которые могут повлиять на результат;
- д) результаты, выраженные в миллиграммах на литр;
- е) 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.

---