

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 озона****ГОСТ
18301—72**Drinking 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 озоном йодида до йода, который титруют раствором серноватистокислого натрия. Чувствительность метода $0,05 \text{ мг/дм}^3 \text{ O}_3$.

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 дм^3 .

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 см^3 .

Баллон с сжатым воздухом или азотом.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227 и ГОСТ 29251, вместимостью: цилиндры мерные 250 и 1000 см^3 ; пипетки 2—5 и 10 см^3 с делениями $0,1 \text{ см}^3$; микробюретка 2 см^3 .

Колбы конические вместимостью 250 и 500 см^3 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 свежeproкипяченной 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 двуххромовокислого 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 свежeproкипяченной 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 двуххромовокислого калия.

3.3. Приготовление 0,1 н. раствора двуххромовокислого калия

4,937 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, перекристаллизованного и высушенного 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 двуххромовокислого 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 свежeproкипяченной 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 пробкой всыпают 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 двуххромовокислого 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.

С. 3 ГОСТ 18301—72

Поправочный коэффициент (K) определяют по формуле

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

где a — количество серноватистокислорого натрия, пошедшее на титрование, см³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 10 см³ 2,0 %-ного раствора йодистого калия, 20 см³ 1,0 н. раствора серной кислоты и 200—250 см³ исследуемой воды. Пользуясь микробюреткой, титруют 0,005 н. раствором серноватистокислорого натрия до соломенно-желтой окраски раствора, прибавляют 2 см³ 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 см³, отобранной в промывалку для газа вместимостью 1 дм³, вытесняют озон воздухом или азотом, пропуская его через пористую пластинку со скоростью 0,1—0,2 дм³/мин, в течение не менее 5 мин. Вытесняемый озон поглощается во второй промывалке, содержащей 400 см³ раствора йодистого калия и соединенной с первой с помощью стеклянных или коротких пластмассовых трубок (резиновые трубки не следует применять).

После окончания вытеснения озона содержимое второй промывалки переносят в колбу, добавляют 20 см³ 1,0 н. раствора серной кислоты (рН около 2,0) и титруют раствором серноватистокислорого натрия, как было описано выше. Параллельно с определением озона проводят холостой опыт на дистиллированной воде для обнаружения возможного загрязнения реактивов. Для этого к 200 см³ дистиллированной воды добавляют 10 см³ раствора йодистого калия, 20 см³ раствора серной кислоты и 2 см³ раствора крахмала. При появлении синей окраски титруют 0,005 н. раствором серноватистокислорого натрия до обесцвечивания раствора.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание озона (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где a — количество раствора серноватистокислорого натрия, израсходованное на титрование пробы, см³;

b — количество раствора серноватистокислорого натрия, израсходованное на титрование холостой пробы, см³;

K — поправочный коэффициент к нормальности раствора серноватистокислорого натрия;

H — нормальность раствора серноватистокислорого натрия;

24 — содержание озона, соответствующее 1 см³ 1 н. раствора серноватистокислорого натрия, мг;

V — объем пробы, взятый для определения, см³.

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