Государственный стандарт Союза ССР ГОСТ 18301-72 "Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона" (введен в действие постановлением Госстандарта Совета Министров СССР от 26 декабря 1972 г. N 2332)

Drinking water. Methods of determination of ozone residual content

Срок действия установлен с 1 января 1974 г.
до 1 января 1979 г.

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 мг/л .

1. Методы отбора проб

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874-73 и ГОСТ 4979-49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания остаточного озона не должен быть менее 1 л.

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 pH.

2. Аппаратура, материалы, реактивы

Промывалки для газа вместимостью 500 и 1000 мл.

Баллон с сжатым воздухом или азотом.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 20292-74 вместимостью: цилиндры мерные 250 и 1000 мл; пипетки 2-5 и 10 мл с делениями 0,1 мл; микробюретка 2 мл.

Колбы конические вместимостью 250 и 500 мл с притертыми пробками по ГОСТ 10394-72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220-75.

Кислота серная по ГОСТ 4204-66.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 4215-66.

Кислота салициловая.

Хлороформ (реактив).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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 растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 л. Поправочный коэффициент раствора определяют по 0,1 н. раствору двухромовокислого калия.

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

50 мл 0,1 н. основного раствора вносят в литровую мерную колбу, разбавляют свежепрокипяченной дистиллированной водой, добавляют 0,2 г углекислого натрия и доводят объем до 1 л. 1 мл 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 перекристаллизованного и высушенного при 180°С вносят в литровую мерную колбу, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем до 1 л.

3.4. Приготовление 0,005 н. раствора двухромовокислого калия. 50 мл 0,1 н. раствора вносят в литровую мерную колбу и разбавляют дистиллированной водой объем до 1 л.

3.5. Приготовление раствора йодистого калия.

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

3.6. Приготовление 1 н. раствора серной кислоты.

28 мл концентрированной осторожно, небольшими порциями, добавляют к 750 мл дистиллированной воды, охлаждают и доводят объем до 1 л.

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

3.8. Приготовление 0,5% раствора крахмала.

5 г растворимого крахмала смешивают с 50 мл холодной дистиллированной воды и приливают к 950 мл кипящей дистиллированной воды. Раствор консервируют добавлением 1,25 г салициловой кислоты или 1-2 мл 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 мл разбавленного раствора серной кислоты (1:4) и 10 мл 0,1 н. или 0,005 н. раствора двухромовокислого калия и 50 мл 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

,

где a - количество серноватистокислого натрия, пошедшее на титрование.

4. Проведение анализа

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

После окончания вытеснения озона, содержимое второй промывалки переносят в колбу, добавляют 20 мл 1,0 н. раствора серной кислоты (pH 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 мл дистиллированной воды добавляют 10 мл раствора йодистого калия, 20 мл раствора серной кислоты и 2 мл крахмала. При появлении синей окраски титруют 0,005 н. раствором серноватистокислого

натрия до обесцвечивания раствора.

5. Обработка результатов

Содержимое озона (X) мг/л, вычисляют по формуле

,

где а - количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование пробы, мл;

б - количество раствора серноватистокислого натрия, израсходованное на титрование холостой пробы, мл;

K - поправочный коэффициент к нормальности раствора серноватистокислого натрия;

H - нормальность раствора серноватистокислого натрия;

24 - содержание озона, соответствующее 1 мл 1 н раствора серноватистокислого натрия, мг;

V - объем пробы, взятый для определения, мл.

ГОСТ 1770-74 введен взамен ГОСТ 1770-64

ГОСТ 2874-73 введен взамен ГОСТ 2874-54

ГОСТ 3160-51 отменен

ГОСТ 4220-75 введен взамен ГОСТ 4220-65

ГОСТ 4231-74 введен взамен ГОСТ 4232-65

ГОСТ 5844-51 отменен

ГОСТ 10163-76 введен взамен ГОСТ 10163-62

ГОСТ 10394-72 введен взамен ГОСТ 10394-63