

Тема 4.3. Определение содержания остаточного активного хлора – 6 ч.

Внимательно изучите ГОСТ Р 55683-2013 Вода питьевая. Метод определения содержания остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб.

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность приготовления и анализа растворов:
 - приготовление основного раствора тиосульфата натрия, 1000 см³
 - приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия, 250 см³ (привести расчеты)
 - приготовление основного раствора бихромата калия 0,1 моль/дм³, 1000 см³
 - приготовление рабочего раствора бихромата калия 0,01 моль/дм³, 100 см³ (привести расчеты)
 - приготовление раствора иодида калия с массовой долей 10%, 100 см³
 - приготовление раствора крахмала, 100 см³ (привести расчеты)
 - установка коэффициента поправки для тиосульфата натрия
 - калибровка пипетки
 - установление объема буферного раствора, необходимого для анализа
4. Последовательность проведения анализа
5. Обработка результатов (формулы для расчетов)

Источники:

1. ГОСТ Р 55683-2013 Вода питьевая. Метод определения содержания остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб.
2. Методика в соответствии с ГОСТ Р 55683-2013 Вода питьевая. Метод определения содержания остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб.

Определение содержания остаточного активного хлора (Методика в соответствии с ГОСТ Р 55683-2013 Вода питьевая. Метод определения содержания остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб)

1. Сущность метода

Метод основан на количественном окислении иодида калия активным хлором до йода, который титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала в кислой среде (рН 4,5-6,2).

2. Оборудование, реактивы, материалы

- Весы, обеспечивающие точность взвешивания со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,0003 г
- рН-метр любого типа, обеспечивающий измерение рН с погрешностью не более $\pm 0,1$ рН
- Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
- Цилиндры мерные 1-10-2, 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 или любого другого исполнения по ГОСТ 1770.
- Пипетки градуированные 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227.
- Секундомер механический 2-го класса точности.
- Бюретка 1-1-2-10-0,02 или 1-1-2-10-0,05 по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 10 см 2-го класса точности.
- Стаканы химические вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336.
- Колбы конические вместимостью 250, 500, 750, 1000 см³ по ГОСТ 25336.
- Электроплитки одноконфорочные по ГОСТ 14919.
- Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709.
- Калий йодистый (далее - иодид калия) по ГОСТ 4232, х.ч, растворы с концентрацией 10 и 25%
- Калий двуххромовокислый (далее - бихромат калия) по ГОСТ 4220, ч.д.а. или стандарт-титр (фиксанал) калия двуххромовокислого.
- Кислота серная по ГОСТ 4204, ос.ч, разбавленная 1:4
- Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.
- Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.д.а.
- Натрий серноватистоокислый 5-водный (далее - тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, х.ч. или стандарт-титр (фиксанал) тиосульфата натрия.
- Натрий уксуснокислый 3-водный (далее - тригидрат ацетат натрия) по ГОСТ 199, ч.д.а.
- Натрий углекислый (далее - карбонат натрия) по ГОСТ 83, х.ч.

3. Подготовка к проведению измерений

3.1 Приготовление растворов

3.1.1 Приготовление основного раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с (Na₂S₂O₃·5H₂O) 0,1 моль/дм³

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют 25,0 г тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) в 200 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,2 г карбоната натрия и доводят до метки дистиллированной водой.

В случае применения стандарт-титра (фиксанала) раствор готовят в соответствии с инструкцией по приготовлению.

3.1.2 Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с (Na₂S₂O₃·5H₂O) 0,01 моль/дм³

Раствор готовят разбавлением раствора по 3.1.1.

Например, в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 100 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, добавляют 0,2 г карбоната натрия и доводят до метки дистиллированной водой.

3.1.3 Приготовление основного раствора бихромата калия молярной концентрации с ($\frac{1}{6} K_2Cr_2O_7$) 0,1 моль/дм³

Раствор готовят из стандарт-титра (фиксанала) бихромата калия в соответствии с инструкцией по применению, разбавляя его до требуемой концентрации дистиллированной водой.

При отсутствии стандарт-титра (фиксанала) бихромата калия раствор готовят следующим способом: в мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют 4,90 г бихромата калия в 200 см³ дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

3.1.4 Приготовление рабочего раствора бихромата калия молярной концентрации с ($\frac{1}{6} K_2Cr_2O_7$) 0,01 моль/дм³

Раствор готовят разбавлением в десять раз раствора, приготовленного по 3.1.3, дистиллированной водой.

Например, в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 100 см³ раствора бихромата калия (см. 3.1.3) и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

3.1.5 Приготовление раствора иодида калия с массовой долей 10 и 25%

Раствор готовят путем растворения 10,00 г иодида калия в 90 см³ дистиллированной воды.

Раствор готовят путем растворения 25,00 г иодида калия в 75 см³ дистиллированной воды.

Хранить раствор в емкости из темного стекла.

3.1.6 Приготовление раствора крахмала

Для приготовления 1000 см³ раствора крахмала в стакане смешивают 5,0 г растворимого крахмала и 100 см³ холодной дистиллированной воды.

В стакан вместимостью 1000 см³ вносят 900 см³ дистиллированной воды и доводят ее до кипения, затем вливают подготовленный растворимый крахмал и кипятят 2-3 мин.

Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры. Хранить раствор в полиэтиленовой или стеклянной емкости при комнатной температуре.

3.1.7 Приготовление ацетатного буферного раствора рН (4,5±0,1)

Для проведения анализа берут готовый буферный раствор с рН 4,5±0,1 или готовят в день применения. Для этого, в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 102 см³ раствора уксусной кислоты CH₃COOH с концентрацией 1

моль/дм³ добавляют 13,35 г тригидрата ацетата натрия CH₃COONa·3H₂O и доводят до метки дистиллированной водой.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1 Установление коэффициента поправки раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ 0,01 моль/дм³

В коническую колбу вместимостью 250 см³ градуированной пипеткой вносят 5 см³ раствора иодида калия с массовой долей 10%, 5 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, прибавляют 9 см³ раствора бихромата калия (см. 3.1.4), затем добавляют 80 см³ дистиллированной воды.

Колбу закрывают крышкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 мин.

Выделившийся йод титруют с использованием бюретки раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³ до появления бледно-соломенного окрашивания, затем прибавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Контроль исчезновения синей окраски проводят на фоне листа белой бумаги.

Коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2} \quad (1)$$

где

V_1 – объем раствора бихромата калия (в данном случае равен 9 см³), см³

V_2 – объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование бихромата калия, см³

Титрование повторяют не менее трех раз и рассчитывают среднее арифметическое значение. Значение коэффициента поправки должно быть в пределах 0,97-1,03.

3.2.2 Калибровка пипетки, используемых для титрования при определении остаточного активного (общего) хлора

Калибровку пипетки проводят для установления объема капли.

В мерный цилиндр номинальной вместимостью 10 см³ капают 100 капель раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ 0,01 моль/дм³. Операцию повторяют не менее трех раз.

Средний объем капли V_0 , см³, рассчитывают по формуле

$$V_0 = \frac{V_k}{n} \quad (2)$$

где

V_k - суммарный объем капель, см³;

n - количество капель.

По полученному значению среднего объема капли V_0 рассчитывают коэффициент пипетки $K_{п}$, мг.

Значение $K_{п}$ численно равно содержанию остаточного активного (общего) хлора, соответствующему одной капле раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) $0,01$ моль/дм³, по формуле

$$K_{п} = V_0 \cdot 0,3545 \cdot K \quad (3)$$

где

V_0 – средний объем капли, рассчитанный по формуле (2), см³

$0,3545$ – содержание остаточного активного хлора, соответствующее 1 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) $0,01$ моль/дм³, мг/см³;

K - коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия, рассчитанный по формуле (1)

3.2.3 Установление объема буферного раствора, необходимого для анализа

Объем буферного раствора, необходимый для достижения требуемого интервала рН, устанавливают экспериментально.

Для этого в стакан помещают 500 см³ пробы анализируемой воды, электроды рН-метра и включают перемешивание, затем прибавляют 10 см³ раствора иодида калия (25%) и градуированной пипеткой постепенно вводят буферный раствор (рН $4,5 \pm 0,1$) до достижения значения рН от $4,5$ до $6,2$.

Фиксируют добавленный объем буферного раствора.

При последующем определении остаточного активного хлора в пробе буферный раствор добавляют в объеме не меньше установленного значения.

4. Проведение анализа

В коническую колбу вместимостью не менее 750 см³ вносят мерной колбой 500 см³ пробы анализируемой воды, пипеткой добавляют 10 см³ раствора иодида калия (25%), буферный раствор (рН $4,5 \pm 0,1$), в количестве, установленном ранее (по пункту 3.2.3), и перемешивают, затем вносят 1 см³ раствора крахмала и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) $0,01$ моль/дм³ с использованием откалиброванной пипетки (по пункту 3.2.2) до исчезновения синей окраски.

Контроль исчезновения синей окраски проводят на фоне чистого листа белой бумаги.

Фиксируют общее количество капель n раствора тиосульфата натрия, израсходованных на титрование.

5. Обработка результатов

Массовую концентрацию остаточного активного хлора в пробе анализируемой воды $X_{МО}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X_{MO} = \frac{K_{п} \cdot n \cdot 1000}{V} \quad (4)$$

где

$K_{п}$ – коэффициент пипетки, рассчитанный по формуле 3, мг;

n – количество капель раствора тиосульфата натрия, израсходованных на титрование (по пункту 4);

1000 – коэффициент объемного пересчета;

V – объем пробы анализируемой воды, взятый для анализа, см³.