ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57568— 2017

НАТРИЯ ГИПОХЛОРИТ РАСТВОР ВОДНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением науки «Институт водных проблем Российской академии наук» (ИВП РАН)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 060 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2017 г. № 777-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 2
4 Требования безопасности 3
5 Методы анализа 4
5.1 Отбор проб 4
5.2 Общие указания по проведению анализа 4
5.3 Определение внешнего вида продукта 4
5.4 Определение коэффициента светопропускания 5
5.5 Определение массовой концентрации активного хлора 5
5.6 Определение массовой концентрации щелочных компонентов в пересчете на NaOH 7
5.7 Определение массовой концентрации железа фотометрическим методом 9
5.8 Определение содержания хлоритов, хлоратов и броматов 10
5.9 Определение содержания элементов (Fe, As, Cd, Cr, Hg, Ni, Pb, Sb, Se) методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой 13
6 Транспортирование, хранение 16
6.1 Поставка и транспортирование продукта 16
6.2 Складирование и хранение 16
7 Гарантии изготовителя 17
Приложение А (справочное) Общие данные по водному раствору гипохлорита натрия 18
Приложение Б (рекомендуемое) Общие правила безопасности 19
Библиография 20

Введение

Настоящий стандарт разработан с целью получения конкурентоспособной и безопасной продукции (водный раствор гипохлорита натрия), особенно в отношении ограничений на содержание высокотоксичных примесей элементов 1 и 2 класса опасности. Введение стандарта позволит гарантировать безопасность использования водного раствора гипохлорита натрия в питьевом водоснабжении и других отраслях высоких технологий.

В настоящем стандарте представлен комплекс аналитических методов контроля качества водного раствора гипохлорита натрия с указанием их метрологических характеристик.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАТРИЯ ГИПОХЛОРИТ РАСТВОР ВОДНЫЙ

Технические условия

Sodiumhypochlorite aqueous solution. Specifications

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водный раствор гипохлорита натрия (хлорноватистокислого натрия), получаемый методом электролиза раствора хлорида натрия в мембранном электролизере (приложение А).

Водный раствор гипохлорита натрия предназначен для применения в локальных или централизованных системах питьевого водоснабжения, для обеззараживания воды плавательных бассейнов.

Химическое название: натрия гипохлорит.

Химическая формула: NaOCl.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2016 г.): 74,44.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4457 Реактивы. Калий бромновато-кислый. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10555 Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения содержания примеси железа

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12257 Хлорат натрия технический. Технические условия

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300[1)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19433 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

Издание официальное

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31340 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

ГОСТ Р 52501 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Водный раствор гипохлорита натрия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

3.2 Технические характеристики

3.2.1 По физико-химическим показателям водный раствор гипохлорита натрия должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Физико-химические показатели состава водного раствора гипохлорита натрия

№ п/п	Наименование показателя	Значение показателя
1	Внешний вид	Жидкость от желтого до зеленовато-желтого цвета
2	Коэффициент светопропускания, %, не менее	30
3	Массовая концентрация активного хлора, г/дм^3, не менее	170
4	Массовая концентрация щелочных компонентов в пересчете на NaOH, г/дм^3 , в пределах	10—20
5	Массовая концентрация железа (Fe), мг/дм^3, не более	2,5
6	Массовая доля хлорат-ионов (ClO_3^-), % (*), не более	2,4
7	Массовая концентрация хлорит-ионов (ClO_2^-), г/дм^3, не более	2,0
8	Массовая концентрация бромат-ионов (BrO_3^-), мг/дм^3, не более	260
9	Массовая концентрация мышьяка (As), мг/дм^3, не более	0,20
10	Массовая концентрация кадмия (Cd), мг/ дм^3, не более	0,45
11	Массовая концентрация хрома (Cr), мг/дм^3, не более	0,45
12	Массовая концентрация ртути (Hg), мг/дм^3, не более	0,60

Окончание таблицы 1

№ п/п	Наименование показателя	Значение показателя
13	Массовая концентрация никеля (Ni), мг/дм^3, не более	0,45
14	Массовая концентрация свинца (Pb), мг/дм^3, не более	2,6
15	Массовая концентрация сурьмы (Sb), мг/дм^3, не более	3,4
16	Массовая концентрация селена (Se), мг/дм^3, не более	3,4
Примечание — Показатели качества с п.1 по п.5 определяют от каждой партии. Показатели качества с п.6 по п.16 определяют периодически, а также по требованию заказчика. (*) — массовая доля относительно активного хлора. Допускается потеря активного хлора не более 2 % в сутки от первоначального содержания, а также увеличение содержания хлорат-ионов, бромат-ионов, хлорит-ионов не более 10 % от первоначального содержания (при условии хранения продукта при температуре не выше 20° С).		

3.2.2 Плотность товарного раствора с массовым содержанием активного хлора 170 г/дм^3 при 20 °С составляет 1240 г/дм^3.

3.3 Требования к чистоте товарного продукта

3.3.1 Данный стандарт определяет минимальные требования к чистоте водного раствора гипохлорита натрия, применяющегося для целей, изложенных в разделе 1 «Область применения». Ограничения указаны для примесей, обычно присутствующих в продукте. Если производственные процессы или исходный состав сырья приводят к появлению других примесей в значительных количествах, то об этом должно быть сообщено конечному пользователю.

3.4 Маркировка продукта

3.4.1 Маркировка продукта должна содержать следующее:
- наименование «водный раствор гипохлорита натрия», торговое название;
- масса нетто;
- наименование и адрес поставщика и/или производителя;
- указание «данный продукт соответствует ГОСТ Р…»;
- номер партии;
- дата изготовления;
- срок хранения.

3.4.2 Предупредительная маркировка должна содержать предупредительные знаки согласно видам опасности по ГОСТ 31340 (класс опасности 1А — Н314, класс опасности 1 — Н318, класс опасности 2 — Н411).



Н314, Н318



Н411

4 Требования безопасности

4.1 Правила безопасного обращения и применения

Производитель или поставщик должен предоставить потребителям и другим заинтересованным лицам актуализированные инструктивные материалы по мерам, нормам и правилам безопасности на стадиях обращения и применения готового продукционного раствора гипохлорита натрия (приложение Б).

4.2 Противопожарные меры

4.2.1 Водный раствор гипохлорита натрия негорюч и взрывобезопасен, однако при контакте с органическими горючими веществами (опилки, ветошь и др.) в процессе высыхания может вызвать возгорание.

4.2.2 В зоне пожара, где присутствует водный раствор гипохлорита натрия, рекомендуется производить тушение распыленной водой, песком или углекислотными огнетушителями. Не рекомендуется использовать для тушения порошковые средства, которые при высокой температуре интенсивно разрушают полимерные конструкционные материалы.

4.2.3 В случае угрозы пожара следует охлаждать емкости с водным раствором гипохлорита натрия водой.

4.3 Правила поведения в аварийных ситуациях

Гипохлорит натрия является окислителем, вызывающим повреждение кожных покровов и слизистой оболочки.

В случае аварийных ситуаций необходимо провести мероприятия по оказанию первой помощи пострадавшим (приложение Б) и обратиться за медицинской помощью.

4.4 Порядок действий при ликвидации аварийных и чрезвычайных ситуаций

4.4.1 При утечке, выбросах и разливе гипохлорита натрия о случившемся следует сообщить в территориальный надзорный орган. Необходимо устранить источник аварийной ситуации с соблюдением мер предосторожности. Проливы нужно оградить земельным валом, засыпать песком или другим инертным материалом, который затем собрать и вывезти на утилизацию.

4.4.2 Место разлива необходимо промыть большим количеством воды. Нельзя допускать попадания продукта в водоемы и в канализацию. Полученный разбавленный раствор гипохлорита натрия следует нейтрализовать при помощи растворов сульфита натрия, гидросульфита натрия, перекиси водорода или тиосульфата натрия.

5 Методы анализа[1)]

5.1 Отбор проб

5.1.1 Точечные пробы из цистерны и хранилища отбирают с верхнего, среднего и нижнего уровней пробоотборником, изготовленным из винипласта, или полиэтилена, или титана. Точечные пробы из контейнеров, бочек, бутылей отбирают со среднего уровня пробоотборником, изготовленным из винипласта, полиэтилена, полипропилена или титана.

У производителя допускается отбор проб из транспортирующих продукт трубопроводов при отгрузке продукции путем отбора точечных проб в начале, середине и по окончании загрузки.

Перед отбором пробы из цистерны, хранилища, контейнера при температуре ниже 0 °С необходимо проводить перемешивание продукта азотом или воздухом. Перед отбором проб из бочек и бутылей содержимое также перемешивают.

Объем точечной пробы не менее 100 $см^3$.

5.1.2 Точечные пробы соединяют, перемешивают и отбирают среднюю пробу объемом не менее 250 $см^3$. Среднюю пробу помещают в стеклянную (пластиковую) банку из темного стекла (пластика) с притертой пробкой или плотно завинчивающейся крышкой. На банку наклеивают (прикрепляют) этикетку с указанием наименования продукта, надписи «Едкое вещество», партии товара, места и даты отбора пробы, фамилии пробоотборщика.

5.2 Общие указания по проведению анализа

Округление результатов анализа до того знака, который указан в таблице технических требований.

5.3 Определение внешнего вида продукта

Внешний вид продукта определяют визуально в пробирке П1-30-250 ХС по ГОСТ 25336. Результаты испытаний интерпретируют в соответствии с ГОСТ 27025.

[1)] Допускается использование стандартизованных (аттестованных) методов анализа, отличных от указанных, с метрологическими характеристиками не хуже приведенных в данном стандарте.

5.4 Определение коэффициента светопропускания

5.4.1 Аппаратура

Фотоколориметр или спектрофотометр любой марки, измеряющий светопоглощение при λ в диапазоне от 630 до 690 нм.

Воронка фильтрующая ВФ-1,2 по ГОСТ 25336, класс фильтра ПОР 16.

Кювета стеклянная с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Колба коническая Кн-1,2-100 по ГОСТ 25336.

5.4.2 Проведение анализа

Коэффициент светопропускания анализируемого продукта определяют относительно контрольного раствора. Определение проводят, используя кювету с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны λ = 650.

В качестве контрольного раствора используют анализируемый продукт, профильтрованный через фильтрующую воронку.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 2, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 2 — Метрологические характеристики методики определения коэффициента светопропускания

Диапазон определения, %	Показатель точности (границы абсолютной погрешности при P = 0,95) Δ, %	Предел повторяемости (абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) Δr, %	Предел воспроизводимости (абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) ΔR, %
15,0 — 99,9	2,7	1,5	3,8

5.5 Определение массовой концентрации активного хлора

5.5.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Бюретка I-1(3)-1-50 или I-1(3)-1-25 с ценой деления 0,05 по ГОСТ 29251.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 не ниже II класса точности с ценой деления не более 0,001 г.

Колбы конические Кн-1,2-250, 500 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1,2-250,1000 по ГОСТ 1770.

Колба коническая типа Кн-1,2-500 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-1-10 по ГОСТ 29169.

Стакан стеклянный В,Н-1,2-50 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный 1,3-25 по ГОСТ 1770.

Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100 °С и точностью определения не менее ± 2 °С.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

Кислота серная ч.д.а., раствор молярной концентрации (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.1, раствор годен в течение 6 мес со дня приготовления.

Крахмал растворимый, раствор массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4517.

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия), раствор молярной концентрации ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3, готовят из стандарт-титра в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Калий двухромовокислый х.ч. по ГОСТ 4220, раствор молярной концентрации ($^1/_6$ $K_2Cr_2O_7$) = = 0,1 моль/дм^3 , готовят следующим образом.

На весах в стеклянном стакане взвешивают точно (4,903 ± 0,001) г $K_2Cr_2O_7$, навеску количественно переносят в мерную колбу 1000 см^3, растворяют и доводят до метки водой для лабораторного анализа степени чистоты 2. Приготовленный раствор хранят в таре из темного стекла при температуре 2—8 °С. Раствор годен в течение 3 мес. Допускается готовить раствор из стандарт-титра в соответствии с прилагаемой к стандарт-титру инструкцией.

Кислота серная ч.д.а. по ГОСТ 4204, раствор массовой долей 20%.

Калий йодистый ч.д.а. по ГОСТ 4232, раствор массовой долей 10% (р-р А), готовят по ГОСТ 4517.

Калий йодистый ч.д.а. по ГОСТ 4232, раствор массовой долей 30% (р-р Б), указание в ГОСТ 4517.

5.5.2 Установление поправочного коэффициента раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 (метод 1)

В сухой конической колбе 250 см^3 с пришлифованной пробкой взвешивают 0,0500—0,1000 г двухромовокислого калия, высушенного до постоянной массы при 150 °С. Массу фиксируют с точностью до 0,0001 г.

К навеске приливают 50 см^3 воды для лабораторного анализа, перемешивая круговыми движениями до полного растворения навески. Добавляют пипеткой 10 см^3 раствора йодистого калия массовой концентрацией 10 % и 20 см^3 серной кислоты массовой концентрацией 20%. Перемешивают, закрывают колбу крышкой и оставляют в темном месте на 10 мин. Титруют раствором тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 до перехода бурой окраски в желтую, затем добавляют 2 см^3 крахмала и продолжают титрование при тщательном перемешивании до перехода окраски раствора из синей в светло-зеленую. Определяют объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование. Титрование повторяют 3 раза.

Коэффициент поправки (K) вычисляют по формуле (1)

$$K = \frac{m_1 \cdot 1000}{V \cdot 0{,}1 \cdot 49{,}3}, \quad (1)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, см^3;

49,3 — молярная масса эквивалента двухромовокислого калия, г/моль;

m_1 — масса навески двухромовокислого калия, г.

5.5.3 Установление поправочного коэффициента раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 (метод 2)

Для установки поправочного коэффициента используют 0,1 моль/дм^3 раствора двухромовокислого калия. Для этого в три конические колбы вместимостью 500 см^3 пипеткой помещают по 10 см^3 раствора калия двухромовокислого, 10 см^3 калия йодистого (р-р Б), 20 см^3 раствора серной кислоты (20%), сразу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают в темном месте в течение 10 мин. После этого добавляют 200 см^3 воды для лабораторного анализа (второй степени чистоты) и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до перехода окраски в светло-желтую. Затем прибавляют 2 см^3 раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Поправочный коэффициент (K) определяют по формуле (2)

$$K = \frac{V}{V_1}, \quad (2)$$

где V_1 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора двухромовокислого калия, взятый на титрование, см^3;

V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

Поправочный коэффициент определяют при температуре окружающей среды и рабочих растворов (20 ± 2) °С и вычисляют с точностью до 4-го знака по каждому из трех установочных объемов двухромовокислого калия.

Расхождение между максимальным и минимальным объемами, пошедшими на титрование трех параллельных определений, не должно превышать ± 0,05 см^3. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Значение коэффициента поправки должно быть равным (1,00 ± 0,03).

Коэффициент поправки определяют после приготовления раствора и не реже одного раза в месяц в случае его хранения. Если коэффициент поправки выходит из указанных пределов или при хранении в растворе появились осадок или хлопья, раствор заменяют свежеприготовленным.

5.5.4 Проведение анализа

10 см^3 водного раствора гипохлорита натрия, имеющего температуру (20 ± 2)°С, переносят пипеткой в мерную колбу 250 см^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (разбавленный раствор гипохлорита натрия).

10 см^3 полученного разбавленного раствора гипохлорита натрия переносят пипеткой в коническую колбу, прибавляют 10 см^3 раствора йодистого калия, перемешивают, прибавляют 20 см^3 раствора серной кислоты, вновь перемешивают, закрывают колбу пробкой и помещают в темное место.

Через 5 мин титруют выделившийся йод раствором серноватисто-кислого натрия до светло-желтой окраски раствора, затем прибавляют 2—3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

5.5.5 Обработка результатов

Массовую концентрацию активного хлора X, г/дм^3, вычисляют по формуле (3)

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}003545 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10}, \quad (3)$$

где V — объем раствора серноватисто-кислого натрия концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора серноватисто-кислого натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 ;

0,003545 — масса активного хлора, соответствующая 1 см^3 раствора серноватисто-кислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 3, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 3 — Метрологические характеристики методики определения активного хлора

Диапазон определения, г/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0,95) δ, % отн.	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %
10—210	2,0	1,4	2,8*
* Показатель действует только в случае проведения анализа в один и тот же день из одной партии водного раствора гипохлорита натрия, хранившегося в одинаковых условиях.			

5.6 Определение массовой концентрации щелочных компонентов в пересчете на NaOH

5.6.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Бюретка I-1(3)-1-50 или по ГОСТ 29251.

Колба коническая Кн-1,2-250 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1,2-250,500,1000 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2-1-50 по ГОСТ 29169.

Пипетки 2-1-2,5,10 по ГОСТ 29169.

Цилиндр мерный 1,3-25 по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный 1,3-50 по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный любого типа.

pH-метр любой конструкции с диапазоном измерений от 1 до 13 ед. pH и точностью определения не менее ± 0,1 ед. pH.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 не ниже II класса точности с ценой деления не более 0,001 г.

Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100 °С и точностью определения не менее ± 2 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

Водорода пероксид ч.д.а. по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 10%, нейтрализованный раствором натрия гидроксида 0,1 моль/дм^3 до pH (7,1—7,3).

Натрия гидроксид, раствор молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Кислота соляная, раствор молярной концентрации c(HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 марки А или спирт технический ректификованный по ГОСТ 18300 марки «Экстра».

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1%, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Натрий углекислый х.ч. по ГОСТ 83.

Смешанный кислотно-основной индикатор (метиловый красный и метиленовый голубой) по ГОСТ 4919.1.

5.6.2 Приготовление раствора углекислого натрия молярной концентрации $c(Na_2CO_3)$ 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят (5,200 ± 0,001) г углекислого натрия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре (250 ± 10) °С в течение 4 ч. В колбу добавляют небольшое количество воды для лабораторного анализа до полного растворения соли, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала в холодильнике при температуре (4—8) °С — не более одного месяца.

5.6.3 Установление коэффициента поправки соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 по углекислому натрию

Для установки поправочного коэффициента используют 0,1 моль/дм^3 раствора углекислого натрия. Для этого в три конические колбы вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 5,0 см^3 раствора углекислого натрия и добавляют (40 ± 5) см^3 воды для лабораторного анализа. Титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 соответственно, фиксируя конечную точку титрования потенциометрически при значении pH (4,5 ± 0,1) или визуально со смесью индикаторов до перехода зеленой окраски раствора в красно-фиолетовую.

Поправочный коэффициент определяют по формуле (4)

$$K = \frac{m \cdot V_{Na_2CO_3} \cdot 1000}{53{,}0 \cdot V_{HCl} \cdot V_{колбы} \cdot C_{HCl}}, \quad (4)$$

где m — масса углекислого натрия, взятого для приготовления раствора (5,2 г для приготовления 0,1 моль/дм^3), г;

$V_{Na_2CO_3}$ — объем раствора углекислого натрия, взятый для титрования, см^3;

1000 — коэффициент пересчета;

C_{HCl} — заданная концентрация раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм^3);

53,0 — молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль;

V_{HCl} — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование углекислого натрия, см^3;

$V_{колбы}$ — объем колбы, взятый для приготовления раствора углекислого натрия, см^3.

Поправочный коэффициент определяют при температуре окружающей среды и рабочих растворов (20 ± 2) °С и вычисляют с точностью до 4-го знака по каждому из трех установочных объемов углекислого натрия.

Расхождение между максимальным и минимальным объемами, пошедшими на титрование трех параллельных определений, не должно превышать ± 0,05 см^3. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Значение коэффициента поправки должно быть равным (1,00 ± 0,03).

Коэффициент поправки определяют после приготовления раствора и не реже одного раза в месяц в случае его хранения. Если коэффициент поправки выходит из указанных пределов или при хранении в растворе появились осадок или хлопья, раствор заменяют свежеприготовленным.

5.6.4 Проведение анализа

50 см^3 разбавленного раствора гипохлорита натрия, приготовленного по 5.5.4, переносят пипеткой в коническую колбу и осторожно небольшими порциями прибавляют 20—25 см^3 раствора перекиси водорода, осторожно перемешивая во избежание сильного газовыделения. Через 2—3 минуты после прекращения интенсивного газовыделения в колбу прибавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют ее содержимое раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора, после чего добавляют еще 2—3 капли фенолфталеина и в случае появления розовой окраски продолжают титрование до обесцвечивания раствора.

Допускается проводить титрование потенциометрическим методом, в этом случае титрование проводят до pH (8,3 ± 0,1).

5.6.5 Обработка результатов

Массовую концентрацию щелочных компонентов в пересчете на NaOH (X_1), г/дм^3, вычисляют по формуле (5)

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}004 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 50}, \quad (5)$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3;

0,004 — масса гидроксида натрия, соответствующая 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 4, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 4 — Метрологические характеристики методики определения щелочных компонентов в пересчете на NaOH

Диапазон определения, г/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0,95) δ, % отн.	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %
2,0—50,0	5	4	7

5.7 Определение массовой концентрации железа фотометрическим методом

5.7.1 Аппаратура, реактивы

Колба коническая типа Кн 1, 2-100 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1,2-50,100 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-10,20,25 по ГОСТ 29169.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

Цилиндр мерный 1,3-10 по ГОСТ 1770.

Кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118.

Электроплитка любой марки.

Фотоколориметр или спектрофотометр любой марки, измеряющий светопоглощение при λ = 420 нм.

5.7.2 Проведение анализа

Все действия строго проводят только в вытяжном шкафу!

20 см^3 хорошо перемешанной пробы водного раствора гипохлорита, отмеренные пипеткой на 20 см^3, переносят в мерную колбу на 100 см^3, доводят до метки водой для лабораторного анализа степени очистки 2 и тщательно перемешивают.

25 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу на 100 см^3, осторожно приливают 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты и кипятят при среднем нагреве на электроплитке в течение 5 мин.

Затем раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу на 50 см^3 и далее анализ проводят по ГОСТ 10555 сульфосалициловым методом, не прибавляя раствор соляной кислоты к анализируемому раствору.

Построение градуировочной характеристики (ГХ) проводят по ГОСТ 10555 не реже 1 раза в год, контроль стабильности ГХ проводят не реже 1 раза в 3 мес по трем градуировочным растворам в соответствии с ГОСТ 10555, соответствующим началу, середине и концу диапазона ГХ. Результат контроля стабильности признают удовлетворительным, если отклонение от заданных концентраций градуировочных растворов не превышает 12 %, в противном случае построение ГХ проводят заново.

Массовую концентрацию железа X_{Fe}, мг/дм^3, вычисляют по формуле (6)

$$X_{Fe} = \frac{m \cdot 100 \cdot 1000}{V \cdot 25}, \qquad (6)$$

где m — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходной пробы водного раствора гипохлорита натрия, взятый для анализа, см^3.

В случае превышения концентрации верхнего предела градуировочного графика исходную пробу разбавляют большее количество раз и повторяют анализ.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 5, при доверительной вероятности P = 0,95.

Т а б л и ц а 5 — Метрологические характеристики методики определения массовой концентрации железа фотометрическим методом

Диапазон измерения, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0,95) δ, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %
От 1,0 до 3,0	25	18	35
От 3,0 до 10,0	20	14	28
От 10,0 до 100	15	11	21

5.8 Определение содержания хлоритов, хлоратов и броматов

5.8.1 Сущность метода

Определение содержания хлоритов, хлоратов и броматов проводят методом ионной хроматографии с использованием кондуктометрического детектора в предварительно разбавленной пробе гипохлорита натрия.

5.8.2 Аппаратура, реактивы, растворы, посуда

Ионный хроматограф, состоящий из следующих частей:

- Анионный подавитель фоновой электропроводности элюента (супрессор);
- Кондуктометрический детектор;
- Автосамплер;
- Колонка хроматографическая для разделения анионов;
- Предколонка;
- Насос с низкой пульсацией;
- Петля-дозатор объемом 20 или 100 мкл.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 не ниже II класса точности с ценой деления не более 0,001 г.

Дозаторы лабораторные с переменным объемом (200—1000) мкл и (1000—5000) мкл по ГОСТ 28311.

Колба мерная 1,2-50,100,200,500,1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-1,2-1,2,5,10 по ГОСТ 29169.

Виалы хроматографические для автосамплера.

Шприцы одноразовые на 10 см^3 и насадки фильтрующие с диаметром пор 0,45 мкм — для фильтрации проб.

Персональный компьютер с программой для сбора и обработки хроматографических данных.

Гелий сжатый с объемной долей не менее 99,5 %.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 по ГОСТ Р 52501.

Калия бромат х.ч. по ГОСТ 4457 или импортный с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Натрия хлорат по ГОСТ 12257 или импортный с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Натрия хлорит с содержанием основного вещества не менее 80 %.

Элюент для ионной хроматографии — готовят в соответствии с паспортом на используемую хроматографическую колонку.

5.8.3 Подготовка к анализу

Подготовку к работе ионного хроматографа, аналитической колонки и настройку программы сбора и обработки хроматографических данных проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

5.8.4 Приготовление стандартных и рабочих растворов

Приготовление стандартного раствора хлорит-ионов с концентрацией 1000 мг/дм^3

В мерной колбе вместимостью 200 см^3 растворяют 0,335 г хлорита натрия приблизительно в 150 см^3 воды для лабораторного анализа и доводят объем раствора до метки. Приготовленный раствор годен в течение 2 мес при условии хранения в емкости из темного стекла при температуре (2—8)°С.

Приготовление рабочих растворов хлорит-ионов с концентрацией 10 и 100 мг/дм^3

Рабочие растворы с концентрацией хлорит-ионов 100 и 10 мг/дм^3 готовят в мерной колбе вместимостью 50 см^3 путем соответствующего разбавления водой для лабораторного анализа стандартного

раствора хлорит-ионов 1000 мг/см^3. Приготовленные растворы пригодны в течение 1 недели при условии хранения в емкости из темного стекла при температуре (2—8) °С.

Приготовление стандартного раствора хлорат-ионов с концентрацией 1000 мг/дм^3

В мерной колбе вместимостью 200 см^3 растворяют 0,255 г хлората натрия приблизительно в 150 см^3 воды для лабораторного анализа и доводят объем раствора до метки. Приготовленный раствор годен в течение 3 мес при условии хранения в емкости из темного стекла при температуре (2—8) °С.

Приготовление рабочих растворов хлорат-ионов с концентрацией 10 и 100 мг/дм^3

Рабочие растворы с концентрацией хлорат-ионов 100 и 10 мг/дм^3 готовят в мерной колбе вместимостью 50 см^3 путем соответствующего разбавления водой для лабораторного анализа стандартного раствора хлорат-ионов 1000 мг/см^3. Приготовленные растворы пригодны в течение 1 мес при условии хранения в емкости из темного стекла при температуре (2—8) °С.

Приготовление стандартного раствора бромат-ионов с концентрацией 1000 мг/дм^3

В мерной колбе вместимостью 200 см^3 растворяют 0,261 г бромата калия приблизительно в 150 см^3 воды для лабораторного анализа и доводят объем раствора до метки. Приготовленный раствор годен в течение 3 мес при условии хранения в емкости из темного стекла при температуре (2—8) °С.

Приготовление рабочих растворов бромат-ионов с концентрацией 10 и 100 мг/дм^3

Рабочие растворы с концентрацией бромат-ионов 100 и 10 мг/дм^3 готовят в мерной колбе вместимостью 50 см^3 путем соответствующего разбавления водой для лабораторного анализа раствора бромат-ионов 1000 мг/см^3. Приготовленные растворы пригодны в течение 1 мес при условии хранения в емкости из темного стекла при температуре (2—8) °С.

Примечание — Вместо приготовленных стандартных растворов хлорит-ионов, бромат-ионов, хлорат-ионов с концентрацией 1000 мг/дм^3 допускается применение готовых сертифицированных стандартных растворов.

5.8.5 Приготовление градуировочных растворов

Шкалу градуировочных растворов хлорит-ионов, бромат-ионов, хлорат-ионов готовят непосредственно перед проведением градуировки путем разбавления рабочих растворов по 5.8.4 водой для лабораторного анализа в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6 — Приготовление градуировочных растворов для определения содержания хлоритов, хлоратов и броматов

Показатель	Концентрация градуировочного раствора, мг/дм^3	Объем рабочих растворов, используемых для приготовления, см^3		Объем мерной колбы, используемой для приготовления, см^3
		С = 10 мг/дм^3	С = 100 мг/дм^3	
Хлорат-ион	0,10	2,0	—	200
	0,50	5,0	—	100
	1,0	—	1,0	100
	5,0	—	5,0	100
	10,0	—	10,0	100
Хлорит-ион	0,05	1,0	—	200
	0,20	2,0	—	100
	0,50	5,0	—	100
	1,0	—	1,0	100
	2,5	—	2,5	100
Бромат-ион	0,025	0,5	—	200
	0,10	1,0		100
	0,50	5,0		100
	0,80	—	0,8	100
	1,0	—	1,0	100
Примечание — Допускается проведение градуировки с применением концентрации растворов, отличных от указанных в таблице, при условии, что градуировочные растворы находятся внутри диапазона градуировки.				

5.8.6 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят в соответствии с руководством по эксплуатации, измеряя каждый градуировочной раствор не менее 1 раза. Градуировку хроматографа проводят не реже 1 раза в год, а также в случае выявления нестабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному из градуировочных растворов не реже 1 раза в 3 мес и при смене колонки, реактивов, техническом обслуживании и ремонте оборудования. Градуировочную характеристику считают стабильной, если измеренное значение концентрации градуировочного раствора отличается от заданного не более чем на 15 %. Если градуировочная характеристика нестабильна, необходимо выяснить и устранить причины и повторить контроль стабильности. При повторном превышении заново проводят градуировку хроматографа.

5.8.7 Выполнение измерений

К анализу проб приступают как можно быстрее. В случае невозможности провести анализ в течение 3 ч с момента отбора проб пробу помещают в холодильник и хранят не более 1 сут при температуре (2—8) °С.

Хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с руководством по эксплуатации.

Подготовка пробы: анализируемую пробу водного раствора гипохлорита натрия разбавляют водой для лабораторного анализа минимум в 200 раз (1 $см^3$ исходной пробы разбавляют в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$). Разбавленную пробу раствора гипохлорита натрия фильтруют с помощью шприца и фильтровальной насадки с диаметром пор 0,45 мкм. Через собранный фильтрат с помощью капилляра интенсивно барботируют гелий в течение 5—10 мин. Подготовленную пробу переливают в виалу, закрывают защитной крышкой. Далее анализ проводят в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа. За результат анализа принимают результат единичного измерения.

В случае превышения концентрации верхнего предела измерения по установленной градуировочной характеристике пробу разбавляют большее количество раз и проводят повторное измерение концентрации.

5.8.8 Обработка результатов

5.8.8.1 Массовую концентрацию хлорит-ионов (ClO_2^-) в анализируемой пробе, г/$дм^3$, вычисляют по формулам (7) и (8)

$$X_{ClO_2^-} = \frac{C_{ClO_2^-} \cdot K_p}{1000}, \quad (7)$$

$$K_p = \frac{V_{мерн.колбы}}{V_{пробы}}, \quad (8)$$

где $C_{ClO_2^-}$ — массовая концентрация хлорит-ионов, найденная с помощью программы обработки хроматографических данных в разбавленной пробе, в соответствии с градуировочной характеристикой, мг/$дм^3$;

K_p — коэффициент разбавления исходной пробы;

$V_{мерн.колбы}$ — объем мерной колбы, $см^3$;

$V_{пробы}$ — объем пробы водного раствора гипохлорита натрия.

5.8.8.2 Массовую концентрацию хлорат-ионов (ClO_3^-) в анализируемой пробе, г/$дм^3$, вычисляют по формуле (9)

$$X_{ClO_3^-} = \frac{C_{ClO_3^-} \cdot K_p}{1000}, \quad (9)$$

где $C_{ClO_3^-}$ — массовая концентрация хлорат-ионов, найденная с помощью программы обработки хроматографических данных в разбавленной пробе, в соответствии с градуировочной характеристикой, мг/$дм^3$;

K_p — коэффициент разбавления исходной пробы по формуле (8).

5.8.8.3 Массовую концентрацию хлорат-ионов в анализируемой пробе, % активного хлора, вычисляют по формуле (10)

$$X'_{ClO_3^-} = \frac{X_{ClO_3^-}}{C_{акт.хлора}} \cdot 100, \quad (10)$$

где $X_{ClO_3^-}$ — массовая концентрация хлорат-ионов, найденная по формуле (9), г/$дм^3$;

$C_{акт.хлора}$ — массовая концентрация активного хлора в анализируемой пробе, найденная по 5.5 настоящего стандарта.

5.8.8.4 Массовую концентрацию бромат-ионов в анализируемой пробе, мг/дм^3, вычисляют по формуле (11)

$$X_{BrO_3^-} = C_{BrO_3^-} \cdot K_p, \quad (11)$$

где $C_{BrO_3^-}$ — массовая концентрация бромат-ионов, найденная с помощью программы обработки хроматографических данных в разбавленной пробе, в соответствии с градуировочной характеристикой, мг/дм^3;

K_p — коэффициент разбавления исходной пробы, формула (8).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 7, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 7 — Метрологические характеристики определения содержания хлоритов, хлоратов и броматов методом ионной хроматографии

Определяемый компонент, диапазон измерений	Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0,95) δ, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, %
Хлорит-ион От 0,005 до 2,0 г/дм^3	20	11	28
Бромат-ион От 5 до 1000 мг/дм^3	30	28	42
Хлорат-ион От 0,01 до 20 г/дм^3	20	20	28

5.9 Определение содержания элементов (Fe, As, Cd, Cr, Hg, Ni, Pb, Sb, Se) методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

5.9.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомно-эмиссионных спектров определяемых элементов, возбуждаемых в индуктивно-связанной плазме. Интенсивность спектральных линий при характерных для каждого элемента длинах волн регистрируется фоточувствительным устройством, измеряется и обрабатывается компьютерной системой.

За аналитический сигнал принимается разница интенсивности спектральной линии элемента и фона.

5.9.2 Аппаратура, реактивы, растворы, посуда

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой с характеристиками: частота генератора 27,12 мГц, спектральный диапазон (180—770) нм, спектральное разрешение ≤ 0,012 нм, аксиальное и/или радиальное наблюдение плазмы. Для анализа водного раствора гипохлорита натрия используют горелку для высокосолевых проб с увлажнителем аргона. Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 не ниже II класса точности с ценой деления не менее 0,001 г.

Колбы мерные 2-20, 50, 100, 250, 500, 1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-2-1, 2, 5, 10, 20, 25 по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные наливные 1-100,1000-2 по ГОСТ 1770.

Дозаторы лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объемом (0,01-10) см^3 дозирования по ГОСТ 28311.

Стаканы В-1-50,100, 250 ТХС из боросиликатного стекла по ГОСТ 25336.

Стандартные образцы состава растворов определяемых элементов.

Многоэлементный стандартный раствор, содержащий As, Be, Cd, Cr, Se, Hg, Ni, Pb, Tl, мг/дм^3, номинальной концентрацией 100 мг/дм^3 и допускаемой погрешностью аттестованного значения ± 1 мг/дм^3.

Кислота азотная о.с.ч. по ГОСТ 11125.

Пероксид водорода H_2O_2 (29—32) % ч.д.а. по ГОСТ 10929.

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

Гелий сжатый с массовой долей основного вещества не менее 99,5%.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

Бумага индикаторная универсальная.

5.9.3 Подготовка к анализу

Подготовку прибора к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

При проведении анализа рекомендуется использовать следующие условия измерений:

Мощность генератора, Вт	Охлаждающий поток, $дм^3$/мин	Вспомогательный поток, $дм^3$/мин	Распыляющий поток, $дм^3$/мин	Дополнительный поток, $дм^3$/мин
1500	13,0	1,0	0,8	0,3

5.9.4 Приготовление градуировочных растворов

Серии градуировочных многоэлементных растворов могут быть приготовлены из однокомпонентных ГСО, многокомпонентных ГСО и многоэлементных растворов импортного производства.

5.9.4.1 Приготовление основного градуировочного раствора № 1

Основной многоэлементный раствор № 1 готовят из соответствующих однокомпонентных или многокомпонентных ГСО состава водных растворов элементов, определяемых в растворах гипохлорита натрия так, чтобы конечные номинальные массовые концентрации ионов элементов в растворе составляли 50 $мг/дм^3$.

Вскрывают ампулу стандартного раствора, содержащего 1 $мг/см^3$ элемента, 2,5 $см^3$ стандартного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Доводят до метки 5%-ным раствором азотной кислоты и перемешивают. Срок хранения раствора — 3 мес при температуре (2—8) °С.

5.9.4.2 Приготовление основного градуировочного раствора № 2

Основной многоэлементный раствор № 2 готовят из соответствующих однокомпонентных или многокомпонентных ГСО состава водных растворов элементов, определяемых в растворах гипохлорита натрия, так, чтобы конечные номинальные массовые концентрации ионов элементов в растворе составляли 10 $мг/дм^3$.

Вскрывают ампулу стандартного раствора, содержащего 1 $мг/см^3$ элемента, 1,0 $см^3$ стандартного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят до метки 5%-ным раствором азотной кислоты и перемешивают. Срок хранения раствора — 2 мес при температуре (2—8) °С.

5.9.4.3 Приготовление матричных градуировочных растворов с добавками элементов 1; 0,5 и 0,1 $мг/дм^3$

Градуировочную шкалу растворов готовят на реальной пробе водного раствора гипохлорита натрия методом добавок.

Матричные градуировочные растворы готовят путем разбавления в мерной колбе в соответствии с таблицей 8. До метки доводят матричным раствором гипохлорита натрия, подготовленным по 5.9.6.

Таблица 8 — Приготовление матричных градуировочных растворов по методу добавок при анализе водного раствора гипохлорита натрия

Концентрация добавки в матричный раствор, $мг/дм^3$	Объем основного градуировочного раствора № 1 (50 $мг/дм^3$), $см^3$	Объем градуировочного раствора № 2 (10 $мг/дм^3$), $см^3$	Объем колбы, $см^3$	Срок хранения, дни
Матрица, раствор гипохлорита натрия	—	—	—	7
1	1	—	50	7
0,5	0,5	—	50	7
0,05	—	0,25	50	7

Допускается готовить растворы, отличные от указанных в таблице 8, в том числе увеличивать диапазон градуировочной характеристики в соответствии с возможностями прибора.

5.9.5 Градуировка спектрометра

Распыляют градуировочные растворы в пламени горелки и регистрируют интенсивность эмиссии для каждого элемента при требуемой длине волны по методу добавок.

Градуировочные растворы каждого определяемого элемента должны охватывать весь рабочий диапазон измерения его массовой концентрации в пробах и измеряются в порядке возрастания массовой концентрации определяемого элемента.

Холостой пробой является водный раствор гипохлорита натрия (см. 5.9.6).

После проведения построения градуировочных характеристик для очистки от высоких концентраций элементов и исключения адсорбции металлов применяют раствор 5 %-ной азотной кислоты, прогоняя его через систему ввода образца и распыления в течение не менее 15 мин, а затем воду для лабораторного анализа в течение 5 мин.

Контроль стабильности градуировочной характеристики

Через каждые 30 проб повторяют измерение для одного из градуировочных растворов. Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого образца для контроля выполняется следующее условие:

$$100 \cdot \frac{[C_k - C]}{C} \le G, \qquad (12)$$

где C_k — измеренное значение массовой концентрации элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C — действительное значение массовой концентрации элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3;

G — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, G =15 %.

Если измеренная концентрация для этого раствора отличается от истинной более чем на 15%, градуировку повторяют полностью заново.

5.9.6 Подготовка проб водного раствора гипохлорита натрия и выполнение измерений

Подготовка проб водного раствора гипохлорита натрия проводится только в вытяжном шкафу!

Пробу водного раствора гипохлорита натрия тщательно перемешивают и отбирают при помощи пипетки 20 см^3 раствора. Переносят в стакан вместимостью 100 см^3, осторожно, по каплям, добавляют объем пероксида водорода, рассчитанный по формуле (13)

$$V = \frac{V_{NaOCl} \cdot C_{NaOCl} \cdot 34 \cdot 100}{1000 \cdot 70{,}9 \cdot W_{H_2O_2} \cdot \rho_{H_2O_2}}, \qquad (13)$$

где V_{NaOCl} — объем аликвотной части водного раствора гипохлорита натрия, взятого для анализа, см^3;

C_{NaOCl} — массовая концентрация активного хлора в анализируемом водном растворе гипохлорита натрия, г/дм^3 ;

$W_{H_2O_2}$ — массовая доля пероксида водорода (по паспорту на реактив), %;

$\rho_{H_2O_2}$ — плотность раствора пероксида водорода, г/см^3.

После прекращения бурной реакции в раствор добавляют 1—2 см^3 концентрированной азотной кислоты. Смесь перемешивают. Через полученный раствор барботируют гелий в течение 10 мин, затем оставляют его под вытяжкой примерно на 15 мин. По истечении 15 мин раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, многократно промывая стакан водой для лабораторного анализа. Доводят подготовленную пробу до метки водой для лабораторного анализа.

Подготовленную соответствующим способом пробу распыляют в пламени горелки. Регистрируют эмиссию каждого элемента при заранее подобранной оптимальной длине волны не менее двух раз, полученные значения усредняют и по среднему значению рассчитывают содержание элемента в пробе.

5.9.7 Обработка результатов

Массовые концентрации определяемых элементов на 1 дм^3 водного раствора гипохлорита натрия вычисляют по формуле (14)

$$X = Y \cdot K_p, \qquad (14)$$

где X — массовая концентрация определяемого элемента в пробе, мг/дм^3;

Y — содержание определяемого элемента, найденное по градуировочной характеристике, мг/дм^3;

K_p — коэффициент разведения по формуле (8), K_p = 5 (при аликвоте пробы 20 см^3 и объеме мерной колбы 100 см^3).

За окончательный результат анализа принимают результат единичного измерения концентрации определяемого элемента в рабочей пробе (таблица 9). При необходимости анализ проводят в условиях повторяемости (два параллельных определения).

Т а б л и ц а 9 — Метрологические характеристики метода определения содержания микроэлементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Определяемый элемент, мг/дм^3	Диапазон измерений (включительно)	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm\delta$, %	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R, %
1	2	3	4	5
Fe	От 0,2 до 20	25	28	36
As	От 0,15 до 5	40	42	56
Cd	От 0,05 до 10	25	28	36
Cr	От 0,08 до 10	25	28	36
Hg, Sb, Se	От 0,25 до 10	40	42	56
Ni	От 0,1 до 10	25	28	36
Pb	От 0,25 до 10	25	28	36

6 Транспортирование, хранение

6.1 Поставка и транспортирование продукта

6.1.1 Водный раствор гипохлорита натрия поставляется всеми видами транспорта, преимущественно железнодорожным, в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на данном виде транспорта [1].

6.1.2 Раствор гипохлорита натрия перевозится в емкостях из полиэтилена (PE) или поливинилхлорида (PVC) с наружным армированием стекловолокном (GFK). Могут использоваться цистерны со стальным танком с покрытием из резины или другого подходящего искусственного материала.

6.1.3 Емкости для хранения раствора гипохлорита натрия должны быть заполнены не более чем на 90 % объема [2].

6.1.4 Емкости должны быть закрыты таким образом, чтобы внутри не создавалось избыточного давления, а истекание жидкости было невозможно. Крышка должна быть защищена от непреднамеренного вскрытия.

6.1.5 Во избежание негативного влияния на чистоту продукта тара не может быть ранее использована для другого продукта или же должна быть очень тщательно очищена и подготовлена перед использованием.

6.1.6 На грузовые единицы наносится маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8.2, рисунок 8).



6.2 Складирование и хранение

6.2.1 Водный раствор гипохлорита натрия следует хранить в защищенном от света, особенно от прямых солнечных лучей, месте. Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Продукты должны храниться в прохладном месте в емкостях из коррозионно-стойкого материала к воздействию гипохлорита натрия. Образование давления в емкостях должно предотвращаться при помощи подходящего устройства сброса давления.

6.2.2 Хранение водного раствора гипохлорита натрия в расходных емкостях может осуществляться при температуре окружающей среды, но не ниже 5 °С [2].

6.2.3 Недопустимые условия хранения:

- в присутствии кислот или кислых солей (возможно образование хлорного газа).
- в присутствии высокой концентрации аммиака, аммиачных солей и их производных, а также производных изоциануратов (возможна бурная реакция с образованием чрезвычайно взрывоопасного треххлористого азота).

7 Гарантии изготовителя

Изготовитель гарантирует качество водного раствора гипохлорита натрия при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Приложение А
(справочное)

Общие данные по водному раствору гипохлорита натрия

А.1 Происхождение

А.1.1 Сырье

Водный раствор гипохлорита натрия производится из раствора хлорида натрия (NaCl).

А.1.2 Процесс производства

Водный раствор гипохлорита натрия производится методом электролиза раствора хлорида натрия в мембранном электролизере.

А.2 Применение

А.2.1 Цели

Водный раствор гипохлорита натрия используется в водоподготовке для удаления аммонийных соединений, окисления сульфидов, окисления железа (II) в железо (III), а также в качестве средства дезинфекции.

А.2.2 Форма применения продукта

Применяется в поставляемом виде или в разбавленном виде, в зависимости от необходимой дозировки.

А.2.3 Дозировка

Дозировка зависит от качества питьевой воды. Доза гипохлорита натрия определяется необходимостью поддержания необходимого санитарного состояния систем и сооружений водоснабжения и обеспечивать остаточные концентрации в соответствии с требованиями нормативных документов.

А.2.4 Средства дозировки

Водный раствор гипохлорита натрия дозируется посредством приспособлений и устройств, обеспечивающих необходимый расход и точность дозирования реагента

А.2.5 Побочные эффекты

К побочным эффектам относятся:

- незначительное повышение показателя pH;
- незначительное повышение содержания хлорида;
- возможно окисление органических соединений, образование галогенированных органических субстанций, особенно тригалогенметанов;
- местное образование осадка карбоната в месте впрыскивания.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Общие правила безопасности

Б.1 Правила безопасного обращения и применения

Б.1.1 Производитель или поставщик должен предоставить потребителям и другим заинтересованным лицам актуализированные инструктивные материалы по мерам, нормам и правилам безопасности на стадиях обращения и применения готового продукционного раствора гипохлорита натрия.

Б.1.2 Инструктивные материалы должны предусматривать меры по предотвращению возникновения аварийных ситуаций, являющихся результатом непреднамеренных (случайных) утечек, выбросов и разливов, влекущих за собой непосредственные контакты раствора гипохлорита натрия с человеком.

Б.1.3 Инструктивные материалы должны предусматривать меры по укреплению химической стабильности раствора гипохлорита натрия с целью предотвращения опасных воздействий на человека продуктов распада этого раствора.

Б.1.4 Все требования по безопасности согласовываются с соответствующими национальными законодательными нормами, обязательными для исполнения.

Б.2 Поведение в аварийных ситуациях

Гипохлорит натрия является окислителем, который при попадании на кожу и слизистые может вызвать значительные повреждения.

Б.2.1 Наблюдаемые симптомы

При отравлении ингаляционным путем (при вдыхании): першение в горле, кашель, затрудненное дыхание, одышка, в тяжелых случаях — отек легких.

При воздействии на кожу: болезненность, отек, покраснение, в тяжелых случаях — ожог, признаки кожной сенсибилизации (аллергии).

При попадании в глаза: слезотечение, жжение, спазм век, возможен ожог слизистой оболочки глаза, помутнение роговицы.

При отравлении пероральным путем (при проглатывании): раздражение, боль, ожоги ротовой полости и пищевода, тошнота, рвота, диарея, в тяжелых случаях — потеря сознания.

Б.2.2 Меры по оказанию первой помощи

Б.2.2.1 При отравлении ингаляционным путем: свежий воздух, покой, тепло, чистая одежда, вдыхание щелочных растворов (питьевой соды, буры). Изолировать опасную зону в радиусе не менее 50 м. В эту зону входить только в защитных средствах. При нарушении дыхания — вдыхание кислорода; при остановках дыхания — искусственное дыхание. Обратиться за медицинской помощью.

Б.2.2.2 При воздействии на кожу необходимо немедленно снять всю загрязненную одежду. Осторожно промыть поврежденный участок кожи большим количеством проточной воды с мылом. Сделать примочки 5%-ным раствором уксусной кислоты. При ожогах наложить антисептическую повязку и обратиться за медицинской помощью.

Б. 2.2.3 При попадании гипохлорита натрия в глаза немедленно обильно, но осторожно промыть глаза водой в течение 20 мин. Снять контактные линзы, если ими пользуется пострадавший и если это легко сделать, после чего продолжить промывание глаз водой. Ввести в конъюнктивальный мешок 1—2 капли 2%-ного раствора новокаина, а также 30%-ного раствора альбуцида натрия. При ожогах наложить асептическую повязку. Срочно госпитализировать в офтальмологическое отделение!

Б.2.2.4 При отравлении пероральным путем прополоскать водой ротовую полость, обильное питье воды, активированный уголь. Противоядие — 1%-ный раствор тиосульфата натрия. Промывание желудка проводить силами медперсонала. При плохом самочувствии (спутанность сознания, шок) обратиться за медицинской помощью.

Б.2.2.5 Средства первой помощи (аптечка): бинты, вата, дикаин 0,5%, раствор новокаина 2%, раствор альбуцида натрия 30%, уксусная кислота 5%, раствор тиосульфата натрия 1%, активированный уголь.

Б.3 Порядок действий при ликвидации аварийных и чрезвычайных ситуаций

Б.3.1 При утечке, выбросах и разливе о случившемся сообщить в территориальный надзорный орган. Устранить источник аварийной ситуации с соблюдением мер предосторожности. Проливы оградить земельным валом, засыпать инертным материалом, который затем собрать и вывезти на утилизацию.

Библиография

[1] Правила перевозок опасных грузов по железным дорогам (введены в действие на 15 заседании СЖТ СНГ) (с изменениями на 19 мая 2016 года)

[2] Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 20 ноября 2013 года № 554 «Об утверждении федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила безопасности производств хлора и хлорсодержащих сред»

УДК 661.833.322; 628.166.094:006.354 ОКС 71.060

Ключевые слова: водный раствор гипохлорита натрия, калибровочный раствор, контрольный раствор, элюентный раствор, стандартный раствор, обеззараживание воды, активный хлор

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 05.04.2019. Подписано в печать 24.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,23.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru