ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 7393-2-2012

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Определение содержания свободного хлора и общего хлора

Часть 2

Колориметрический метод с применением N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина для целей оперативного контроля

ЯКАСЦЬ ВАДЫ

Вызначэнне змяшчэння свабоднага хлору і агульнага хлору

Частка 2

Каларыметрычны метад з прымяненнем N,N-дыэтыл-1,4-фенілендыаміну для мэт аператыўнага кантролю

(ISO 7393-2:1985, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2011

Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.399:543.62(083.74)(476) МКС 13.060.50 КП 06 IDT

Ключевые слова: качество воды, свободный хлор, общий хлор, колориметрический метод

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 20 апреля 2012 г. № 21

3 Настоящий стандарт соответствует ISO 7393-2:1985 Water quality – Determination of free chlorine and total chlorine. Part 2: Colorimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine for routine control purposes (Качество воды. Определение содержания свободного хлора и общего хлора. Часть 2. Колориметрический метод с применением N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина для целей оперативного контроля).

Международный стандарт разработан техническим комитетом ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2012

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Введение

Международный стандарт ISO 7393, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, с общим наименованием «Качество воды. Определение содержания свободного хлора и общего хлора» состоит из следующих частей:

– часть 1. Титриметрический метод с применением N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина;

– часть 2. Колориметрический метод с использованием N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина для целей оперативного контроля;

– часть 3. Метод йодометрического титрования для определения содержания общего хлора.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Определение содержания свободного хлора и общего хлора
Часть 2
Колориметрический метод с применением N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина для целей оперативного контроля

ЯКАСЦЬ ВАДЫ
Вызначэнне змяшчэння свабоднага хлору і агульнага хлору
Частка 2
Каларыметрычны метад з прымяненнем N,N-дыэтыл-1,4-феніленды аміну для мэт аператыўнага кантролю

Water quality
Determination of free chlorine and total chlorine
Part 2
Colorimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine for routine control purposes

Дата введения 2013-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свободного хлора и общего хлора в воде, обычно применяемый в области испытаний. Метод основан на измерении интенсивности окраски путем ее визуального сравнения с регулярно калибруемой стандартной шкалой.

Морская вода и воды, содержащие бромиды и йодиды, входят в группу, для которой требуются специальные методики [2].

Настоящий метод применим для концентраций общего хлора в пересчете на хлор (Cl_2) от 0,0004 до 0,07 ммоль/дм^3 (0,03 – 5 мг/дм^3). Для более высоких концентраций хлора исследуемую пробу необходимо разбавить. В случае, если время проведения анализа и простота применяемого оборудования не являются обязательным требованием, в качестве альтернативного метода допускается спектрометрический метод измерения.

В приложении А представлена методика раздельного определения связанного хлора типа монохлорамина, связанного хлора типа дихлорамина и связанного хлора в форме трихлорида азота.

Влияние некоторых соединений на определение содержания хлора описано в разделах 7 и 9.

2 Термины и определения (см. таблицу 1)

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

2.1 свободный хлор (free chlorine): Хлор, присутствующий в форме хлорноватистой кислоты, иона гипохлорита или растворенного свободного хлора.

2.2 связанный хлор (combined chlorine): Часть общего хлора, присутствующего в форме хлораминов и органических хлораминов.

2.3 общий хлор (total chlorine): Хлор, присутствующий в форме «свободного хлора» или «связанного хлора» или в обеих формах.

2.4 хлорамины (chloramines): Производные аммония, полученные путем замещения одного, двух или трех атомов водорода атомами хлора (монохлорамин NH_2Cl, дихлорамин $NHCl_2$, трихлорид азота NCl_3), и все хлорированные производные органических соединений азота, определенные методом, описанным в настоящем стандарте.

Издание официальное

Таблица 1 – Термины и их синонимы, относящиеся к соединениям хлора в растворе

Термин	Синоним		Состав
Свободный хлор	Свободный хлор	Активный свободный хлор	Элементарный хлор Хлорноватистая кислота
		Потенциально или условно свободный хлор	Гипохлорит
Общий хлор	Общий остаточный хлор		Элементарный хлор Хлорноватистая кислота Гипохлорит и хлорамины

3 Сущность метода

3.1 Определение свободного хлора

Метод основан на прямой реакции с N,N-диэтил-1,4-фенилендиамином (ДФД) и образованием соединения красного цвета при pH 6,2 – 6,5. Интенсивность окраски определяется визуальным сравнением со шкалой стабильных стеклянных образцов (стандартов) или спектрометрическим методом.

3.2 Определение общего хлора

Метод основан на реакции с ДФД в присутствии избытка йодида калия и последующим измерением согласно 3.1.

4 Реактивы

При проведении анализа используют реактивы только известной аналитической квалификации и воду, как описано в 4.1.

4.1 Вода, свободная от окислителей и восстановителей

Используют деминерализованную или дистиллированную воду, качество которой проверяют следующим образом:

В две конические колбы вместимостью 250 $см^3$ для определения потребления хлора (раздел 5) помещают в следующем порядке:

a) в первую: 100 $см^3$ анализируемой воды и около 1 г йодида калия (4.4), перемешивают и через 1 мин добавляют 5 $см^3$ буферного раствора (4.2) и 5,0 $см^3$ раствора реактива ДФД (4.3);

b) во вторую: 100 $см^3$ анализируемой воды и 2 капли раствора гипохлорита натрия (4.7), затем через 2 мин 5,0 $см^3$ буферного раствора (4.2) и 5 $см^3$ раствора реактива ДФД (4.3).

В первой колбе не должно появиться никакого окрашивания, тогда как во второй колбе должно появиться бледно-розовое окрашивание.

Если качество деминерализованной или дистиллированной воды не отвечает требованиям анализа, ее хлорируют. После этого воду дехлорируют и проверяют качество еще раз.

Методика приготовления воды, свободной от окислителей и восстановителей, приведена в приложении В.

4.2 Буферный раствор, pH 6,5

В воде (4.1) растворяют: 24 г безводного гидрофосфата натрия (Na_2HPO_4) или 60,5 г его двенадцативодной формы ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) и 46 г дигидрофосфата калия (KH_2PO_4). Прибавляют 100 $см^3$ раствора двуводной динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (динатрий ЭДТА дигидрат) ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) концентрации 8 $г/дм^3$ (или 0,8 г сухого вещества).

При необходимости добавляют 0,020 г хлорида ртути (II) ($HgCl_2$) для предотвращения образования плесени и устранения мешающего влияния следовых количеств йода в реактивах.

Разбавляют до 1000 $см^3$ и перемешивают.

Примечание – С растворами, содержащими ртуть, необходимо обращаться осторожно. Меры предосторожности описаны в ISO 5790.

4.3 Сульфат N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина (ДФД) [NH_2-C_6H_4-$N(C_2H_5)_2 \cdot H_2SO_4$] = 1,1 г/дм^3

Смешивают 250 см^3 воды (4.1), 2 см^3 серной кислоты (ρ = 1,84 г/см^3) и 25 см^3 раствора двуводной динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (динатрий ЭДТА дигидрат) (c = 8 г/дм^3) (или 0,2 г сухого вещества). Растворяют в этой смеси 1,1 г безводного ДФД или 1,5 г пентагидратной формы, разбавляют до 1000 см^3 и перемешивают.

Реактив хранят в темной посуде, защищенной от тепла.

Новый раствор готовят раз в месяц или при изменении окраски старого.

4.4 Йодид калия, кристаллы

Примечание – Реактивы, указанные в 4.2 – 4.4, можно заменить имеющимися в распоряжении готовыми реактивами в виде порошков или таблеток.

4.5 Серная кислота, $c(H_2SO_4) \approx 1$ моль/дм^3

Берут 800 см^3 воды (4.1) и при постоянном помешивании осторожно прибавляют 54 см^3 серной кислоты (ρ = 1,84 г/см^3). Этот раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

4.6 Гидроксид натрия, $c(NaOH) \approx 2$ моль/дм^3

Взвешивают 80 г гранул гидроксида натрия и прибавляют их к 800 см^3 воды (4.1), помещенной в коническую колбу. Постоянно перемешивают, пока все гранулы не растворятся. Дают раствору остыть до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.7 Гипохлорит натрия, раствор, $c(Cl_2)$ около 0,1 г/дм^3

Готовят разбавлением концентрированного выпускаемого промышленностью раствора гипохлорита натрия.

4.8 Йодат калия, основной раствор, $c(KIO_3)$ = 1,006 г/дм^3

Растворяют 1,006 г йодата калия приблизительно в 250 см^3 воды (4.1) в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают.

4.9 Йодат калия, стандартный раствор, $c(KIO_3)$ = 10,06 мг/дм^3

Отбирают 10 см^3 основного раствора (4.8), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют около 1 г йодида калия (4.4) и доводят до метки водой (4.1).

Раствор используют свежеприготовленным.

1 см^3 стандартного раствора содержит 10,06 мкг KIO_3·10,06 мкг KIO_3 эквивалентно 0,141 мкмоль Cl_2.

4.10 Арсенит натрия ($NaAsO_2$), раствор концентрацией 2 г/дм^3, или **тиоацетамид** (CH_3CSNH_2), раствор концентрацией 2,5 г/дм^3.

5 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование и оборудование для колориметрического анализа, указанное в 5.1 – 5.3.

5.1 Компаратор, снабженный шкалой стабильных стеклянных цветных образцов, специально приспособленных для методики определения с использованием ДФД и пригодных для определения концентраций 0,0004 – 0,07 ммоль/дм^3 (0,03 – 5 мг/дм^3) хлора.

5.2 Спектрофотометр с устройством для непрерывного изменения длины волны, пригодный для использования при длине волны 510 нм и снабженный прямоугольными кюветами с толщиной оптического слоя не менее 10 мм.

5.3 Спектрофотометр с устройством для дискретного изменения длины волны, имеющий максимум пропускания (как можно ближе к 510 нм) и прямоугольные кюветы с толщиной оптического слоя не менее 10 мм.

Примечание – Стеклянную посуду для определения свободного хлора подготавливают так: заполняют ее раствором гипохлорита натрия (4.7), через 1 ч тщательно ополаскивают водой (4.1). Во время проведения анализа один комплект стеклянной посуды должен использоваться только для определения свободного хлора и другой для определения общего хлора во избежание его загрязнения свободным хлором.

6 Определение

6.1 Исследуемая проба

Определение начинают сразу же после отбора проб. Во всех случаях следует избегать яркого света, взбалтывания и нагревания пробы.

6.2 Анализируемые порции

Отбирают две анализируемые порции, каждая по 100,0 см^3 (V_0). Если концентрация общего хлора превышает 70 мкмоль/дм^3 (5 мг/дм^3), необходимо взять меньший объем V_1 анализируемой порции и разбавить водой (4.1) до объема 100,0 см^3.

6.3 Градуировка

В серию мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают такие количества стандартного раствора (4.9), начиная с меньших значений, чтобы получился диапазон концентраций хлора $c(Cl_2)$ от 0,423 до 70,5 мкмоль/дм^3 [$c(Cl_2)$ от 0,03 до 5 мг/дм^3; от 0,3 до 50 мл стандартного раствора (4.9)]. Прибавляют 1 см^3 серной кислоты (4.5) и через 1 мин 1,0 см^3 раствора гидроксида натрия (4.6). Доводят объем до 100 см^3 водой (4.1). Переносят содержимое каждой колбы без ополаскивания в коническую колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 5 см^3 буферного раствора (4.2) и 5 см^3 раствора реактива ДФД (4.3), добавленного менее чем за 1 мин до переноса пробы, и перемешивают (см. примечание). Затем последовательно заполняют измерительную кювету каждым из приготовленных стандартных растворов и измеряют в течение 2 мин компаратором (5.1) интенсивность окраски или спектрофотометром (5.2 или 5.3) абсорбцию относительно воды в кювете сравнения.

Периодически проверяют и делают необходимые поправки шкалы стандартов компаратора или строят новый градуировочный график для спектрофотометра. Новый график строят для каждого свежеприготовленного раствора реактива ДФД и ежедневно проверяют одну точку на шкале или на графике.

Примечание – Каждый стандартный раствор готовят отдельно, чтобы смесь буфера и реактива не стояла слишком долго и не появлялась ложная красная окраска.

6.4 Определение свободного хлора

Первую анализируемую порцию без ополаскивания переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 5 см^3 буферного раствора (4.2) и 5 см^3 раствора реактива ДФД (4.3), и перемешивают (см. примечание к 6.3). Наполняют измерительную кювету подготовленной пробой и немедленно измеряют окраску в тех же условиях, что и при градуировке (6.3). Записывают показание концентрации c_1 по шкале стандартов компаратора или по градуировочному графику (6.3).

В случае, когда состав воды неизвестен (вода может быть очень кислой, щелочной или иметь высокую концентрацию солей), желательно проверить, достаточно ли объема прибавленного буферного раствора (4.2) для того, чтобы довести pH пробы до 6,2 – 6,5. Если нет, используют больший объем буферного раствора (4.2).

6.5 Определение общего хлора

Вторую анализируемую порцию без ополаскивания переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 5 см^3 буферного раствора (4.2) и 5 см^3 раствора реактива ДФД (4.3), прибавляют около 1 г йодида калия (4.4) и перемешивают (см. примечание к 6.3). Заполняют измерительную кювету подготовленной пробой и через 2 мин измеряют окраску в тех же условиях, что и при градуировке (6.3). Записывают показание концентрации c_2 по шкале стандартов компаратора или по градуировочному графику (6.3).

В случае, когда состав воды неизвестен (вода может быть очень кислой, очень щелочной или иметь высокую концентрацию солей), желательно проверить, достаточно ли объема прибавленного буферного раствора (4.2) для того, чтобы довести pH воды до 6,2 – 6,5. Если нет, используют больший объем буферного раствора (4.2).

7 Поправка на влияние, обусловленное присутствием окисленного марганца

Влияние окисленного марганца определяют дополнительно на еще одной анализируемой порции (6.2), предварительно обработанной раствором арсенита или тиоацетамида (4.10), для того чтобы нейтрализовать все окислители, кроме окисленного марганца.

Анализируемую порцию помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора арсенита натрия (4.10) или тиоацетамида (4.10) и перемешивают. Прибавляют 5 см^3 буферного раствора и 5,0 см^3 раствора реактива воды ДФД (4.3) и перемешивают.

Измерительную кювету заполняют подготовленной пробой и немедленно измеряют окраску в тех же условиях, что и при градуировке (6.3). Записывают показание концентрации c_3 по шкале компаратора или по градуировочному графику (6.3), соответствующее присутствующему окисленному марганцу.

При использовании компараторов с постоянными стеклянными цветными стандартами пробу, обработанную арсенитом или тиоацетамидом, можно использовать как холостую для компенсации мешающей окраски, поскольку условия и способ обработки пробы и холостой пробы одинаковы.

8 Выражение результатов

8.1 Метод расчета

8.1.1 Расчет концентрации свободного хлора

Концентрацию свободного хлора $c(Cl_2)$, мкмоль/дм^3, определяют по формуле

$$c(Cl_2) = \frac{(c_1 - c_3)V_0}{V_1}, \quad (1)$$

где c_1 – концентрация хлора, обнаруженная по 6.4, мкмоль/дм^3;

c_3 – концентрация окисленного марганца (см. раздел 7), мкмоль/ дм^3;

V_0 – максимальный объем анализируемой порции (6.2), см^3 (V_0 = 100,0 см^3);

V_1 – объем исследуемой пробы в анализируемой порции (6.2), см^3.

Примечание – Если окисленный марганец отсутствует, c_3 = 0.

8.1.2 Расчет концентрации общего хлора

Концентрацию общего хлора $c(Cl_2)$, мкмоль/дм^3, определяют по формуле

$$c(Cl_2) = \frac{(c_2 - c_3)V_0}{V_1}, \quad (2)$$

где c_2 – концентрация хлора, обнаруженная по 6.5, мкмоль/дм^3;

c_3, V_0 и V_1 – как определено в 8.1.1.

8.2 Перевод молярной концентрации в массовую

Концентрация хлора, выраженная в микромолях на кубический дециметр, может быть выражена в миллиграммах на кубический дециметр посредством умножения на коэффициент пересчета 0,07091.

8.3 Сходимость и воспроизводимость

Для получения значений показателей сходимости и воспроизводимости использовались данные измерений, полученные методами, аналогичными тем, что описаны в настоящем стандарте.

Лаборатория контроля и защиты окружающей среды Американской ассоциации по защите окружающей среды (USA-EPA) [1] оценила этот колориметрический метод следующими результатами.

Для проб дистиллированной воды при концентрациях $c(Cl_2)$ = 5,5 и 50,9 мкмоль/дм^3 (0,39 и 3,61 мг/дм^3) общего хлора относительные стандартные отклонения составили соответственно 3,1 % и 3,2 %. Применительно к питьевой воде, содержащей $c(Cl_2)$ = 13,3 мкмоль/дм^3 (0,94 мг/дм^3) общего хлора, относительное стандартное отклонение составило 0,8 %. Для речной воды, содержащей $c(Cl_2)$ = = 12,1 мкмоль/дм^3 (0,86 мг/дм^3) общего хлора, и сточных вод, содержащих $c(Cl_2)$ = 15,1 мкмоль/дм^3 (1,07 мг/дм^3) общего хлора, относительные стандартные отклонения составили соответственно 1,9 % и 2,4 %.

Результаты, опубликованные Британским отделом защиты окружающей среды [2], основанные на данных, полученных в исследовательском центре воды [3], показали, что для концентраций свободного хлора $c(Cl_2)$ = 1,4 и 7,1 мкмоль/дм^3 (0,1 и 0,5 мг/дм^3), относительные стандартные отклонения составили соответственно 4,0 % и 2,0 %.

Результаты, приведенные выше, получены аналогичными методами в такой же лаборатории и таким образом показывают величину сходимости метода. Попытки дать количественную характери-

стику воспроизводимости метода рассылкой проб в различные лаборатории дали ненадежные результаты из-за нестабильности растворов, содержащих свободный хлор и связанный хлор. Лишь недавно отделением обеспечения качества компании EMSL-Цинциннати [6] было обнаружено, что закупоренная ампула с гипохлоритом натрия в очень чистой воде заметно устойчива, если ее хранить в темноте. Последующая оценка различными федеральными лабораториями и лабораториями отдельных штатов США представлена аналитическими параметрами, приведенными в таблице 2, для методов, применяемых в настоящее время.

Таблица 2 – Данные межлабораторных анализов по определению свободного остаточного хлора

Действительное значение концентрации хлора		Код метода [1)]	Число лабораторий (наблюдений)	Значение		Стандартное отклонение	
мкмоль/дм^3	мг/дм^3			мкмоль/дм^3	мг/дм^3	мкмоль/дм^3	мг/дм^3
7	(0,5)	A	6	6,2	(0,44)	1,3	(0,09)
		B	7	6,8	(0,48)	1,8	(0,13)
11,3	(0,80)	A	10	10,9	(0,77)	1,1	(0,08)
		B	14	11,1	(0,79)	4,1	(0,29)
		C	6	11,6	(0,82)	1,3	(0,09)
15,5	(1,10)	A	10	15,5	(1,10)	2,0	(0,14)
		B	14	16,2	(1,15)	5,5	(0,39)
		C	6	16,5	(1,17)	1,1	(0,08)
18,2	(1,29)	A	6	18,6	(1,32)	1,3	(0,09)
		B	7	19,9	(1,41)	5,4	(0,38)

[1)] A – йодометрическое титрование (амперометрия);
B – ДФД-колориметрия;
C – ДФД-титрометрия.

9 Мешающие влияния

Можно отметить два вида влияний.

9.1 Мешающее влияние других соединений хлора

Оксиды хлора, если они присутствуют в растворе, измеряются как свободный хлор. Их влияние можно учесть определением хлора в воде [2], [4], [5].

9.2 Мешающее влияние соединений, не содержащих хлор

Окисление ДФД вызывается не только соединениями хлора. В зависимости от концентрации и химического окислительного потенциала на эту реакцию влияют другие окислители. Можно отметить, в частности, следующие соединения: бром, йод, бромамины, йодамины, озон, пероксид водорода, хроматы, окисленный марганец, нитриты, ионы железа (III) и меди. Это мешающее влияние подавляется динатриевой солью ЭДТА в реактивах (4.2 и 4.3) при наличии ионов меди (II) (менее 8 мг/дм^3) и ионов железа (III) (менее 20 мг/дм^3).

Мешающее влияние хроматов устраняют добавлением хлорида бария [7].

10 Отчет об определении

Отчет об определении должен включать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

c) результаты и метод их выражения;

d) подробности всех операций, не включенных в настоящий стандарт, или тех, которые считаются необязательными, со всеми особенностями, которые могут повлиять на результаты.

Приложение А

Раздельное определение связанного хлора типа монохлорамина, связанного хлора типа дихлорамина и связанного хлора в форме трихлорида азота

А.1 Область применения

Настоящее приложение устанавливает метод раздельного определения связанного хлора типа монохлорамина, связанного хлора типа дихлорамина и связанного хлора в форме трихлорида азота. Область применения метода такая же, как и при определении концентрации свободного и общего хлора (см. раздел 1).

А.2 Принцип

После определения свободного хлора и общего хлора проводят колориметрическое измерение еще двух анализируемых порций:

a) в третьей анализируемой порции реакция с ДФД ограничивается для свободного хлора и связанного хлора типа монохлорамина добавлением небольшого количества йодида калия;

b) в четвертой анализируемой порции прибавление небольшого количества йодида калия перед добавлением буфера и реактива ДФД приводит к тому, что реакция ограничивается определением свободного хлора, связанного хлора типа монохлорамина и половины содержания хлора в форме трихлорида азота.

Связанный хлор типа монохлорамина в этих двух случаях в реакцию не вступает.

Концентрации связанного хлора типа монохлорамина, дихлорамина и трихлорида азота рассчитывают по формулам (см. А.6).

А.3 Реактивы

Реактивы, приведенные в разделе 4, и йодид калия, раствор $c(KI) = 5$ г/дм^3.

Раствор готовят в день применения и хранят в коричневой склянке.

А.4 Оборудование

См. раздел 5.

А.5 Определение

А.5.1 Исследуемая проба

См. 6.1.

А.5.2 Анализируемые порции

Работают с двумя анализируемыми порциями, аналогичными анализируемым порциям, описанным в 6.2.

А.5.3 Градуировка

См. 6.3.

А.5.4 Определение свободного хлора и связанного хлора типа монохлорамина

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 быстро помещают в указанной последовательности: 5,0 см^3 буферного раствора (4.2), 5,0 см^3 раствора реактива ДФД (4.3), третью анализируемую порцию и две капли (около 0,1 см^3) раствора йодида калия (А.3) или очень маленький кристаллик йодида калия (около 0,5 мг), затем перемешивают. Заполняют измерительную кювету подготовленной пробой и немедленно измеряют окраску в тех же условиях, что и при градуировке (А.5.3). Записывают концентрацию c_4, определенную по шкале компаратора или по градуировочному графику (А.5.3).

А.5.5 Определение свободного хлора, связанного хлора типа монохлорамина и половины трихлорида азота

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают четвертую анализируемую порцию и две капли (около 0,1 см^3) раствора йодида калия (А.3) или кристаллик йодида калия (около 0,5 мг) и перемешивают. Переносят содержимое стакана в коническую колбу вместимостью 250 см^3, содержащую 5,0 см^3 буферного раствора (4.2) и 5,0 см^3 раствора реактива ДФД (4.3), прибавленных менее чем за 1 мин до этого переноса. Заполняют измерительную кювету подготовленной пробой и немедленно измеряют окраску в тех же условиях, что и при градуировке (А.5.3). Записывают концентрацию c_5, определенную по шкале компаратора или по градуировочному графику (А.5.3).

А.6 Выражение результатов

А.6.1 Метод расчета

А.6.1.1 Расчет концентрации связанного хлора типа монохлорамина

Концентрацию связанного хлора типа монохлорамина $c(Cl_2)$, мкмоль/дм^3, определяют по формуле

$$c(Cl_2) = \frac{(c_4 - c_1) \cdot V_0}{V_1}, \quad (А.1)$$

где c_4 – концентрация хлора, обнаруженная по А.5.4, мкмоль/дм^3;
c_1, V_0 и V_1 – определены в 8.1.

А.6.1.2 Расчет концентрации связанного хлора типа дихлорамина

Концентрацию связанного хлора типа дихлорамина $c(Cl_2)$, мкмоль/дм^3, определяют по формуле

$$c(Cl_2) = \frac{(c_2 - 2c_5 + c_4) \cdot V_0}{V_1}, \quad (А.2)$$

где c_2, V_0 и V_1 – определены в 8.1;
c_4 – определена в А.6.1.1;
c_5 – концентрация хлора, обнаруженная по А.5.5, мкмоль/дм^3.

А.6.1.3 Расчет концентрации связанного хлора в форме трихлорида азота

Концентрацию связанного хлора в форме трихлорида азота $c(Cl_2)$, мкмоль/дм^3, определяют по формуле

$$c(Cl_2) = \frac{2(c_5 - c_4) \cdot V_0}{V_1}, \quad (А.3)$$

где c_5 – определена в А.6.1.2;
c_4 – определена в А.6.1.1;
V_0 и V_1 – определены в 8.1.

А.6.2 Перевод молярной концентрации в массовую

Концентрация хлора, выраженная в микромолях на кубический дециметр, может быть выражена в миллиграммах на кубический дециметр посредством умножения на коэффициент пересчета 0,07091.

Приложение В

Приготовление воды, свободной от окислителей и восстановителей

Чтобы получить воду желаемого качества, деминерализованную или дистиллированную воду сначала хлорируют до содержания хлора около 0,14 ммоль/дм^3 (10 мг/дм^3) и хранят в закупоренной стеклянной бутыли не менее 16 ч. Затем эту воду дехлорируют посредством УФ-облучения или воздействия солнечного света на протяжении нескольких часов или посредством контакта с активированным углем.

После этого проверяют качество воды, применяя методику, описанную в 4.1.

Библиография

[1] Bender D. F. Comparison of methods for the determination of total available residual chlorine in various sample matrices. Report No. EPA-600/4-78-019. Cincinnati, Ohio 45268, USA, US Environmental Protection Agency, 1978
(Сравнение методов определения общего содержания остаточного активного хлора в пробах с различными матрицами)

[2] DoE. Chemical Disinfecting Agents in Waters, and Effluents, and Chlorine Demand, Methods for the Examination of Waters and Associated Materials. London, UK, HMSO, 1980
(Химические дезинфицирующие вещества в воде. Сточные воды и хлоропоглощение. Методы исследования вод и соответствующие стандартные образцы)

[3] Nicolson N.J. An evaluation of the methods of determining residual chlorine in water. Analyst 90 1965: 187
(Оценка методов определения остаточного хлора в воде)

[4] Palin A.T. Methods for the determination in water of free and combined available chlorine, chlorine dioxide and chlorite, bromine, iodine and ozone, using diethyl-p-phenylenediamine. J. Inst. Water Eng. 21 1967 : 537
(Методы определения в воде свободного и общего активного хлора, диоксида хлора и хлорита, брома, йода и озона с использованием диэтил-р-фенилендиамина)

[5] Palin A.T. Analytical control of water disinfection with special reference to differential DPD methods for chlorine, chlorine dioxide, bromine, iodine and ozone. J. Inst. Water Eng. 28 1974 : 139.
(Аналитический контроль дезинфекции воды с отдельной ссылкой на определение хлора, диоксида хлора, брома, йода и озона дифференциальными методами DPD)

[6] Studies WS007 and WS008, Cincinnati, Ohio 45268, USA, Quality Assurance Branch, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, US Environmental Protection Agency, 1980.
(Исследования WS007 и WS008)

[7] Palin A.T. New correction procedures for chromate interference in the DPD method for residual free and combined chlorine. J. Inst. Water Eng. Sci. 36 1982 : 351
(Новые методики корректировки интерференции хромата при определении остаточного свободного и общего хлора методом DPD)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 24.05.2012. Подписано в печать 22.06.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,62 Уч.- изд. л. 0,75 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru