ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

**СТБ ISO 7393-1-2011**

# Качество воды
# Определение содержания свободного хлора и общего хлора
# Часть 1
# ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ N,N-ДИЭТИЛ-1,4-ФЕНИЛЕНДИАМИНА

# Якасць вады
# Вызначэнне змяшчэння свабоднага хлору і агульнага хлору
# Частка 1
# ЦІТРЫМЕТРЫЧНЫ МЕТАД З ПРЫМЯНЕННЕМ N,N-ДЫЭТЫЛ-1,4-ФЕНІЛЕНДЫАМІНУ

(ISO 7393-1:1985, IDT)

Издание официальное

БЗ 9-2010

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.33:546.13(083.74)(476) МКС 13.060.50 КП 06 IDT

**Ключевые слова:** качество, вода, определение, свободный хлор, общий хлор, титриметрический метод, N,N-диэтил-1,4-фенилендиамин, титрование, раствор

## 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 научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 10 января 2011 г. № 1

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 7393-1:1985 Water quality – Determination of free chlorine and total chlorine – Part 1: Titrimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine (Качество воды. Определение содержания свободного хлора и общего хлора. Часть 1. Титриметрический метод с применением N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина) с технической поправкой Cor. 1:2001.

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Физические, химические и биохимические методы» технического комитета по стандартизации ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2011

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 повседневного контроля;

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

* В настоящее время находится на стадии проекта.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

# Качество воды
# Определение содержания свободного хлора и общего хлора
# Часть 1
# ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ N,N-ДИЭТИЛ-1,4-ФЕНИЛЕНДИАМИНА

# ЯКАСЦЬ ВАДЫ
# Вызначэнне змяшчэння свабоднага хлору і агульнага хлору
# Частка 1
# ЦІТРЫМЕТРЫЧНЫ МЕТАД З ПРЫМЯНЕННЕМ N,N-ДЫЭТЫЛ-1,4-ФЕНІЛЕНДЫАМІНУ

# Water quality
# Determination of free chlorine and total chlorine
# Part 1
# Titrimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine

**Дата введения 2011-07-01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения свободного хлора и общего хлора в воде.

Для морских вод и вод, содержащих бромиды и йодиды, необходимо применять специальные методики [2].

Настоящий метод применим для концентраций общего хлора в пересчете на хлор ($Cl_2$) от 0,000 4 до 0,07 ммоль/л (0,03 – 5 мг/л), а при более высоких концентрациях – посредством разбавления проб. Для концентраций более 0,07 ммоль/л можно также применять ISO 7393-3.

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 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 элементарного 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, установленным в настоящем стандарте.

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

| Термин | Синоним | | Соединения |
|---|---|---|---|
| Свободный хлор | Свободный хлор | Активный свободный хлор | Элементарный хлор, хлорноватистая кислота |
| | | Потенциально свободный хлор | Гипохлорит |
| Общий хлор | Общий остаточный хлор | | Элементарный хлор, хлорноватистая кислота, гипохлорит, хлорамины |

Издание официальное

## 3 Сущность метода

### 3.1 Определение свободного хлора

Метод основан на прямой реакции с N,N-диэтил-1,4-фенилендиамином (ДФД) с образованием соединения красного цвета при pH 6,2 – 6,5. Титрование проводят стандартным раствором сульфата аммония-железа (II) до исчезновения красного цвета.

### 3.2 Определение общего хлора

Метод основан на реакции с N,N-диэтил-1,4-фенилендиамином (ДФД) в присутствии избытка йодида калия; затем проводят титрование, как указано в 3.1.

## 4 Реактивы

В ходе анализа используют только реактивы известного аналитического качества и воду, полученную, как указано в 4.1.

### 4.1 Вода без окислителей и восстановителей

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

В две конические колбы, материал которых не адсорбирует хлор (раздел 5), вместимостью 250 мл помещают в следующем порядке:

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

b) во вторую: 100 мл анализируемой воды и две капли раствора гипохлорита натрия (4.8); затем через 2 мин – 5,0 мл буферного раствора (4.2) и 5 мл реактива ДФД (4.3).

В первой колбе не должно быть никакого окрашивания, а во второй колбе должно появиться светло-розовое окрашивание.

Если качество деминерализованной или дистиллированной воды не отвечает требованиям анализа, ее следует хлорировать. После этого необходимо воду дехлорировать и проверить качество еще раз.

Методика приготовления воды без окислителей и восстановителей приведена в приложении B.

### 4.2 Буферный раствор, pH 6,5.

В воде (4.1) растворяют последовательно: 24 г безводного гидрофосфата натрия ($Na_2HPO_4$) или 60,5 г его водной формы ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) и 46 г дигидрофосфата калия ($KH_2PO_4$). Добавляют 100 мл раствора двунатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты ($Na_2$ – ЭДТА, $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) концентрации 8 г/л (или 0,8 г сухого вещества).

При необходимости добавляют 0,020 г хлорида ртути (II) ($HgCl_2$) для предотвращения образования плесени и устранения влияния следовых количеств йодидов в реактивах во время испытания на определение содержания свободного хлора. Разбавляют до 1 000 мл и перемешивают.

Примечание 1 – С растворами, содержащими ртуть, необходимо обращаться надлежащим образом (например, в соответствии с методом, установленным в ISO 5790 «Продукты химические неорганические технические. Общий метод определения содержания хлоридов. Меркуриметрический метод»).

### 4.3 Сульфат N,N-диэтил-1,4-фенилендиамина (ДФД)

$[NH_2\text{-}C_6H_4\text{-}N(C_2H_5)_2 \cdot H_2SO_4]$, раствор, 1,1 г/л.

Смешивают 250 мл воды (4.1), 2 мл серной кислоты ($\rho$ = 1,84 г/мл) и 25 мл раствора дигидрата двунатриевой соли ЭДТА концентрации 8 г/л (или 0,2 г сухого вещества). Растворяют в этой смеси 1,1 г безводного ДФД или 1,5 г пентагидратной формы, разбавляют до 1 000 мл и перемешивают. Реактив хранят в посуде из темного стекла, защищенной от нагревания. Свежий раствор готовят ежемесячно либо после его обесцвечивания.

### 4.4 Йодид калия, кристаллы

Примечание 2 – Реактивы, указанные в 4.2, 4.3 и 4.4, можно легко заменить комбинированными реактивами, имеющимися в продаже в виде порошков или таблеток.

**4.5 Сульфат аммония-железа (II)**, основной раствор

$c$ [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] = 0,056 моль/л.

**4.5.1 Приготовление раствора**

Растворяют 22 г гексагидрата сульфата аммония-железа (II) (соль Мора) приблизительно в 250 мл воды (4.1), содержащей 5 мл серной кислоты ($\rho$ = 1,84 г/мл), в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1 000 мл. Доводят объем до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в темной посуде.

Эталонный раствор приготавливают по методике, представленной в 4.5.2, по мере необходимости применения или ежедневно, если необходимо выполнить большое количество измерений.

**4.5.2 Приготовление эталонного раствора**

В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 50,0 мл основного раствора (4.5.1), около 50 мл воды (4.1), 5 мл ортофосфорной кислоты ($\rho$ = 1,71 г/мл) и 4 капли индикатора дифениламинсульфоната бария (4.9). Титруют раствором бихромата калия (4.10). Конечной точки достигают, когда одна капля дает насыщенное пурпурное окрашивание, которое остается неизменным после дальнейшего добавления раствора бихромата калия. Концентрацию данного раствора $c_1$, в миллимолях $Cl_2$ на литр, рассчитывают по формуле

$$c_1 = V_2 \frac{c_2}{2V_1}, \qquad (1)$$

где $c_2$ – концентрация стандартного эталонного раствора бихромата калия (4.10), $c$ (1/6 $K_2Cr_2O_7$) = = 100 ммоль/л;

$V_1$ – объем основного раствора сульфата аммония-железа (II) (4.5), 50,0 мл;

$V_2$ – объем стандартного эталонного раствора бихромата калия (4.10), пошедший на титрование, мл.

Примечание 3 – Когда $V_2$ становится менее 22 мл, то необходимо приготавливать свежий основной раствор (см. 4.5.1).

**4.6 Сульфат аммония-железа (II)**, стандартный титрованный раствор, $c$ [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$] = = 2,8 ммоль/л.

Помещают 50,0 мл свежеприготовленного раствора (4.5.1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл. Доводят объем до метки водой (4.1) и перемешивают. Переливают раствор в темную посуду. Данный раствор приготавливают по мере необходимости применения или ежедневно, если необходимо выполнить большое количество измерений.

Концентрацию данного раствора $c_3$, в миллимолях $Cl_2$ на литр, рассчитывают по формуле

$$c_3 = \frac{c_1}{20}, \qquad (2)$$

где $c_1$ – как определено в (1).

**4.7 Арсенит натрия** ($NaAsO_2$), раствор 2 г/л; или **тиоацетамид** ($CH_3CSNH_2$), раствор, 2,5 г/л.

**4.8 Гипохлорит натрия**, раствор [$\rho$ ($Cl_2$) $\approx$ 0,1 г/л].

Готовят разбавлением концентрированного промышленного раствора гипохлорита натрия.

**4.9 Дифениламинсульфонат бария**, индикаторный раствор, 3 г/л.

Растворяют 0,3 г дифениламинсульфоната бария [$(C_6H_5\text{-}NH\text{-}C_6H_4\text{-}SO_3)_2Ba$] в 100 мл воды.

**4.10 Бихромат калия**, стандартный эталонный раствор, $c$ (1/6 $K_2Cr_2O_7$) = 100 ммоль/л.

Взвешивают с точностью до одного миллиграмма 4,904 г безводного бихромата калия. Растворяют в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1 000 мл. Доводят объем до метки водой и перемешивают.

## 5 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование и **микробюретку** вместимостью до 5 мл и с ценой деления 0,02 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ, КАСАЮЩЕЕСЯ ПОДГОТОВКИ СТЕКЛЯННОЙ ПОСУДЫ
Стеклянную посуду, не адсорбирующую хлор, подготавливают следующим образом: заполняют ее раствором гипохлорита натрия (4.8), затем через 1 ч тщательно ополаскивают водой (4.1). Во время анализа один комплект стеклянной посуды следует использовать для определения свободного хлора, а другой – для определения общего хлора, во избежание загрязнения комплекта – для определения свободного хлора.

## 6 Процедура

### 6.1 Проба

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

### 6.2 Рабочие части пробы

Отбирают две рабочие части пробы, каждая по 100,0 мл. Если концентрация общего хлора превышает 70 мкмоль/л (5 мг/л), то необходимо взять меньший объем пробы и разбавить водой (4.1) до объема 100,0 мл.

### 6.3 Определение свободного хлора

В коническую колбу вместимостью 250 мл быстро помещают в следующем порядке: 5,0 мл буферного раствора (4.2), 5,0 мл реактива ДФД (4.3) и первую рабочую часть пробы (6.2). Перемешивают и сразу же титруют до бесцветной конечной точки раствором сульфата аммония-железа (II) (4.6). Записывают объем $V_3$, в миллилитрах, который использовали при титровании.

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

### 6.4 Определение общего хлора

В коническую колбу вместимостью 250 мл быстро помещают в следующем порядке: 5,0 мл буферного раствора (4.2), 5,0 мл реактива ДФД (4.3), вторую рабочую часть пробы (6.2) и около 1 г йодида калия (4.4). Перемешивают и через 2 мин титруют до бесцветной конечной точки раствором сульфата аммония-железа (II) (4.6). Если в течение 2 мин наблюдается восстановление цвета, то продолжают титрование до бесцветной конечной точки. Записывают объем $V_4$, в миллилитрах, который использовали при титровании.

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

## 7 Поправка на влияние, обусловленное присутствием окисленного марганца

Влияние окисленного марганца определяют дополнительно на еще одной рабочей части пробы (6.2), предварительно обработанной раствором арсенита или тиоацетамида (4.7), чтобы нейтрализовать все окислители, кроме окисленного марганца.

Данную рабочую часть пробы помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 1 мл раствора арсенита натрия (4.7) или раствора тиоацетамида (4.7) и перемешивают. Снова добавляют 5,0 мл буферного раствора (4.2) и 5,0 мл реактива ДФД (4.3). Сразу же титруют до бесцветной конечной точки раствором сульфата аммония-железа (II) (4.6). Записывают объем $V_5$, в миллилитрах, соответствующий окисленному марганцу.

## 8 Обработка результатов

### 8.1 Метод расчета

#### 8.1.1 Расчет концентрации свободного хлора

Концентрацию свободного хлора $c$ ($Cl_2$), в миллимолях на литр, определяют по формуле

$$c\,(Cl_2) = \frac{c_3(V_3 - V_5)}{V_0}, \qquad (3)$$

где $c_3$ – концентрация раствора сульфата аммония-железа (II), ммоль $Cl_2$/л;
$V_0$ – объем пробы (рабочей части пробы), мл (6.2);
$V_3$ – объем раствора сульфата аммония-железа (II) (4.6), пошедший на титрование, мл (6.3);
$V_5$ – объем раствора сульфата аммония-железа (II) (4.6), используемый в разделе 7 ($V_5$ = 0 мл, если окисленный марганец отсутствует).

#### 8.1.2 Расчет концентрации общего хлора

Концентрацию общего хлора $c$ ($Cl_2$), в миллимолях на литр, определяют по формуле

$$c\,(Cl_2) = \frac{c_3(V_4 - V_5)}{V_0}, \qquad (4)$$

где $c_3$, $V_0$ и $V_5$ – как определено в (3);
$V_4$ – объем раствора сульфата аммония-железа (II) (4.6), пошедший на титрование, мл (6.4).

### 8.2 Переход от молярной концентрации вещества к массовой

Концентрация хлора, выраженная в молях на литр, может быть выражена в граммах на литр посредством умножения на коэффициент пересчета 70,91.

### 8.3 Сходимость и воспроизводимость

Для получения показателей сходимости и воспроизводимости взяты данные измерений, полученные методами, аналогичными установленным в настоящем стандарте.

Лаборатория контроля и защиты окружающей среды американского агентства по охране окружающей среды (USA-EPA) [1] оценила титриметрический метод следующими результатами.

Для проб дистиллированной воды при концентрациях $c$ ($Cl_2$) = 4,79; 9,17 и 48,6 мкмоль/л [$\rho$ ($Cl_2$) = = 0,34; 0,65 и 3,45 мг/л] общего хлора относительные стандартные отклонения составили соответственно 5,6 %, 0,5 % и 0,5 %. Применительно к питьевой воде, содержащей $c$ ($Cl_2$) = 13,8 мкмоль/л [$\rho$ ($Cl_2$) = 0,98 мг/л] общего хлора, относительное стандартное отклонение составило 1,2 %. Применительно к более загрязненным водам была получена почти такая же точность, как и для питьевой воды, за исключением неочищенных сточных вод, когда при концентрации общего хлора $c$ ($Cl_2$) = = 11,1 мкмоль/л [$\rho$ ($Cl_2$) = 0,79 мг/л] относительное стандартное отклонение составило 3,3 %.

Результаты, опубликованные Британским управлением по охране окружающей среды [2], показали, что для концентраций общего хлора $c$ ($Cl_2$) = 14 и 71 мкмоль/л [$\rho$ ($Cl_2$) = 1,0 и 5,0 мг/л] относительные стандартные отклонения составили соответственно 1,4 % и 0,88 %.

Результаты, приведенные выше, получены посредством аналогичных определений в той же лаборатории и, таким образом, показывают величину сходимости метода. Попытки дать количественную характеристику воспроизводимости метода рассылкой проб в различные лаборатории дали ненадежные результаты из-за общей неустойчивости растворов, содержащих свободный и связанный хлор. Лишь недавно отделением обеспечения качества компании EMSL-Цинциннати [5] было обнаружено, что закупоренная ампула с гипохлоритом натрия в очень чистой воде заметно устойчива, если ее хранить в темноте внутри посылочной тубы. Последующая оценка различными федеральными лабораториями и лабораториями отдельных штатов США представила аналитические параметры, приведенные в таблице 2, для методов, применяемых в настоящее время.

**Таблица 2 – Аналитические параметры межлабораторных анализов на свободный остаточный хлор**

| Фактическое значение | | Код метода [1] | Количество лабораторий (наблюдений) | Среднее значение | | Стандартное отклонение | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $c$ ($Cl_2$) | [$\rho$ ($Cl_2$)] | | | | | | |
| мкмоль/л | (мг/л) | | | мкмоль/л | (мг/л) | мкмоль/л | (мг/л) |
| 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 амперометрическое титрование.
B: Колориметрический метод с применением ДФД.
C: Титриметрический метод с применением ДФД.

## 9 Влияние

Может быть два вида влияний.

### 9.1 Влияние других соединений хлора

Фракция любого диоксида хлора, который может присутствовать в растворе, измеряется как свободный хлор. Данное влияние можно корректировать посредством определения диоксида хлора в воде [2] – [4].

### 9.2 Влияние других соединений, кроме соединений хлора

Окисление ДФД вызывается не только соединениями хлора. В зависимости от концентрации и химического окислительного потенциала на эту реакцию влияют другие окислители. Можно отметить следующие вещества: бром, йод, бромамины, йодамины, озон, пероксид водорода, хроматы, окисленный марганец, нитриты, ионы железа (III) и ионы меди. Влияние подавляется двунатриевой солью ЭДТА в реактивах 4.2 и 4.3 в случае ионов меди (II) (< 8 мг/л) и ионов железа (III) (< 20 мг/л).

Влияние хроматов можно устранить добавлением хлорида бария [6].

## 10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

c) результаты и применяемый метод их выражения;

d) подробную информацию об операциях, которые не включены в настоящий стандарт или считаются необязательными, со всеми условиями, которые могут повлиять на результаты.

## Приложение А
(справочное)

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

### А.1 Область применения

Данное приложение устанавливает метод дифференциации между связанным хлором типа монохлорамина, связанным хлором типа дихлорамина и связанным хлором в форме трихлорида азота. Область применения – такая же, как и для концентраций свободного хлора и общего хлора (см. раздел 1).

### А.2 Сущность метода

После определения свободного и общего хлора проводят титрование двух дополнительных рабочих частей пробы:

a) в третьей рабочей части пробы: реакция с ДФД, ограниченная для свободного хлора и связанного хлора типа монохлорамина добавлением небольшого количества йодида калия;

b) в четвертой рабочей части добавлением небольшого количества йодида калия перед добавлением буферного раствора и реактива ДФД: реакция с ДФД свободного хлора, связанного хлора типа монохлорамина и половины трихлорида азота.

Связанный хлор типа дихлорамина не вступает в реакцию ни в одном из данных двух случаев. Выполняют расчет концентрации связанного хлора типов монохлорамина и дихлорамина и концентрации трихлорида азота.

### А.3 Реактивы

Реактивы, приведенные в разделе 4, и **йодид калия**, раствор, 5 г/л.

Раствор готовят в день применения и хранят в посуде из стекла коричневого цвета.

### А.4 Оборудование

См. раздел 5.

### А.5 Процедура

#### А.5.1 Проба

См. раздел 6.1.

#### А.5.2 Рабочие части пробы

Работают с двумя рабочими частями пробы, аналогичными рабочим частям пробы, указанным в 6.2.

#### А.5.3 Определение свободного хлора и связанного хлора типа монохлорамина

В коническую колбу вместимостью 250 мл быстро помещают в следующем порядке: 5,0 мл буферного раствора (4.2), 5,0 мл реактива ДФД (4.3), третью рабочую часть пробы и две капли (около 0,1 мл) раствора йодида калия (раздел А.3) или очень маленький кристаллик йодида калия (около 0,5 мг) и перемешивают. Сразу же титруют до исчезновения окраски раствором сульфата аммония-железа (II) (4.6). Записывают объем $V_6$, в миллилитрах, который использовали при титровании.

#### А.5.4 Определение общего хлора, связанного хлора типа монохлорамина и половины трихлорида азота

В химический стакан вместимостью 250 мл помещают четвертую рабочую часть пробы и две капли (около 0,1 мл) раствора йодида калия (раздел А.3) или очень маленький кристаллик йодида калия (около 0,5 мг) и перемешивают. Содержимое химического стакана переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, содержащую 5,0 мл буферного раствора (4.2) и 5,0 мл реактива ДФД (4.3), которые были добавлены менее чем за 1 мин до этого переноса. Сразу же титруют до исчезновения окраски раствором сульфата аммония-железа (II) (4.6). Записывают объем $V_7$, в миллилитрах, который использовали при титровании.

### А.6 Выражение результатов

#### А.6.1 Метод расчета

##### А.6.1.1 Расчет концентрации связанного хлора типа монохлорамина

Концентрацию связанного хлора типа монохлорамина $c\ (Cl_2)$, в миллимолях на литр, определяют по формуле

$$c\ (Cl_2) = \frac{c_3(V_6 - V_3)}{V_0}, \quad (5)$$

где $c_3$, $V_0$ и $V_3$ – как определено в разделе 8;
$V_6$ – объем раствора сульфата аммония-железа (II) (4.6), пошедший на титрование, мл (А.5.3).

##### А.6.1.2 Расчет концентрации связанного хлора типа дихлорамина

Концентрацию связанного хлора типа дихлорамина $c\ (Cl_2)$, в миллимолях на литр, определяют по формуле

$$c\ (Cl_2) = \frac{c_3(V_4 - 2V_7 + V_6)}{V_0}, \quad (6)$$

где $c_3$, $V_0$ и $V_4$ – как определено в (3), (4);
$V_6$ – как определено в (5);
$V_7$ – объем раствора сульфата аммония-железа (II) (4.6), пошедший на титрование, мл (А.5.4).

##### А.6.1.3 Расчет концентрации связанного хлора в форме трихлорида азота

Концентрацию связанного хлора в форме трихлорида азота $c\ (Cl_2)$, в миллимолях на литр, определяют по формуле

$$c\ (Cl_2) = \frac{2c_3(V_7 - V_6)}{V_0}, \quad (7)$$

где $c_3$ и $V_0$ – как определено в (3), (4);
$V_6$ – как определено в (5);
$V_7$ – как определено в (6).

#### А.6.2 Переход от молярной концентрации вещества к массовой

Концентрация хлора, выраженная в молях на литр, может быть выражена в граммах на литр посредством умножения на коэффициент пересчета 70,91.

## Приложение В
(справочное)

## Приготовление воды без окислителей и восстановителей

Чтобы получить воду для разбавления желаемого качества, деминерализованную или дистиллированную воду сначала хлорируют до уровня содержания хлора около 0,14 ммоль/л (10 мг/л) и хранят в закупоренной стеклянной емкости (бутыли) не менее 16 ч. Затем эту воду дехлорируют посредством ультрафиолетового облучения, воздействия солнечного света на протяжении нескольких часов или посредством контактирования с активированным углем. После этого проверяют качество воды, применяя методики, описанные 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 остаточного хлора в различных матрицах проб)

[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 и сточных водах и хлоропоглощение, методы исследования воды и соответствующих материалов)

[3] 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 связанного хлора, хлора, диоксида и хлорита, брома, йода и озона с применением диэтил-р-фенилендиамина)

[4] 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 обеззараживания воды со специальной ссылкой на различные методы применения ДФД для хлора, диоксида хлора, брома, йода и озона)

[5] Studies WS667 and WSO08, Cincinnati, Ohio 45268, USA, Quality Assurance Branch, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, US Environmental Protection Agency, 1980 (Исследования WS667 и WSO08, Цинциннати, шт. Огайо 45268, США, Отделение обеспечения качества, Лаборатория контроля и защиты окружающей среды, отдел исследований и разработок, Агентство по охране окружающей среды, 1980 г.)

[6] PALIN, A.T. New correction procedures for chromate interference on the DPD method for residual, free and combined chlorine. J. Inst. Water Eng. Sei. 36 1982 : 351 (Новые методики корректировки влияний хромата по методу с применением ДФД для остаточного, свободного и связанного хлора)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 18.01.2011. Подписано в печать 02.03.2011. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,62 Уч.- изд. л. 0,66 Тираж 50 экз. Заказ 432

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