4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения хемилюминисцентным методом

**Сборник методических указаний**
**МУК 4.1.965—4.1.968—00**

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения хемилюминисцентным методом: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000.—32 с.

ISBN 5—7508—0251—5

1. Методические указания разработаны Федеральным центром госсанэпиднадзора Минздрава Российской Федерации (Н. С. Ластенко, И. В. Брагина, В. Б. Скачков ) и ВАХЗ, ЭНТЦ «ЭкМОС» (В. А. Ишутин, А. А. Стехин, И. А. Пушкин, Г. В. Яковлева, А. А. Симонов)

2. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 22 марта 2000 г.

3. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Редакторы Пастухов В. В., Максакова Е. И.
Технический редактор Смирнов В. В.

Подписано в печать 13.06.00

Формат 60x90/16 Печ. л. 2,0
Тираж 3000 экз. Заказ 85

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава РФ
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отделение реализации, тел. 198-61-01

ISBN 5—7508—0251—5

© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000

## Содержание

Область применения ..... 4

Определение концентрации остаточного свободного хлора в питьевой и пресной природной воде хемилюминесцентным методом: МУК 4.1.965—00 ..... 6

Определение общего железа в питьевой и пресной воде хемилюминесцентным методом: МУК 4.1.966—00 ..... 13

Определение концентрации общего хрома в питьевой и пресной воде хемилюминисцентным методом: МУК 4.1.967—00 ..... 20

Определение концентрации меди в питьевой и пресной воде хемилюминесцентным методом: МУК 4.1.968—00 ..... 27

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный
санитарный врач
Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
22 марта 2000 г.
Дата введения: 1 июня 2000 г.

# Определение концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения хемилюминисцентным методом

## Сборник методических указаний
## МУК 4.1.965—4.1.968—00

### Область применения

Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде предназначены для использования в работе органами государственного санитарно-эпидемиологического надзора при осуществлении государственного контроля за соблюдением требований к качеству воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения водохозяйственными организациями, производственными лабораториями предприятий, контролирующими состояние водных объектов, а также научно-исследовательскими институтами, работающими в области гигиены водных объектов.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 8.563 «Методики выполнения измерений», ГОСТа 17.0.0.02—79 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязнения атмосферы, поверхностных вод и почвы».

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

Методики выполнены с использованием современных хемилюминесцентных методов исследования и дают возможность контролировать содержание химических веществ на уровне и меньше их предельно допустимых концентраций в воде, установленных в СанПиН 2.1.4.559—96 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества»

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный
санитарный врач
Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
22 марта 2000 г.
МУК 4.1.965—99
Дата введения: 1 июня 2000 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение концентрации остаточного свободного хлора в питьевой и пресной природной воде хемилюминесцентным методом

Настоящие методические указания устанавливают методику хемилюминесцентного количественного химического анализа воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения для определения в ней содержания остаточного свободного хлора в диапазоне концентраций от 0,01—2,0 мг/дм$^3$.

## 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 10 % при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерения

Измерение концентрации активного свободного хлора основано на его способности инициировать хемилюминесценцию люминола в щелочной среде, интенсивность которой пропорциональна его концентрации в анализируемой пробе. Концентрирование активного свободного хлора из воды не осуществляют. Нижний предел измерения 0,0001 мкг.

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

## 3. Средства измерений, материалы, реактивы, посуда

*3.1. Средства измерений*

| | |
|---|---|
| Хемилюминометр ЛИК | ТУ 000000 АЖП |
| pH-метр | ГОСТ 22261—82 |
| Весы аналитические лабораторные типа ВЛА-200 | ГОСТ 24104—80 Е |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, пределы 0—55 °С, цена деления 1 °С | ГОСТ 215—73 |
| Колбы стеклянные с пришлифованной пробкой вместимостью 50, 100, 250 и 500 см³ | ГОСТ 1770—74 |
| Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 50, 100 см³ | ГОСТ 25336—82 |
| Пробирки химические 10/150 | ГОСТ 19198—80 |
| Мерный цилиндр емкостью 50 см³ | ГОСТ 1770—74 |
| Дозатор пипеточный П 1 | ТУ 64—1—3329—81 |

*3.2. Вспомогательные средства*

| | |
|---|---|
| Чашки фарфоровые | ГОСТ 9147—80 |
| Капельница | ГОСТ 25336—82 |

*3.3. Материалы*

Бумага фильтровальная

*3.4. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Реактив на основе люминола | ГО—33.10.000.01 |
| Гипохлорид кальция (натрия) или хлорная известь | |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709—72 |
| Кислота серная, х. ч. | ГОСТ 4204—77 |
| Кислота соляная, х. ч. | ГОСТ 3118—77 |
| Метиловый оранжевый, ч. д. а. | ГОСТ 10816—64 |

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требование безопасности, установленные для токсичных, едких и легковоспламеняющихся веществ по ГОСТу 12.1.005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием прибора ЛИК соблюдают правила электробезопасности по ГОСТу 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## 5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию техника-химика с опытом работы на приборе ЛИК.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

6.1. Приготовление растворов и подготовка проб к анализу проводятся в нормальных условиях при температуре воздуха 20 ± 15 °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст., влажности воздуха до 90 %.

6.2. Измерения на приборе ЛИК проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору ЛИК.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

### *7.1. Подготовка к построению градуировочного графика*

7.1.1. Открывают водопроводный кран и через 10 минут после истечения из него воды трижды ополаскивают 2—3 литровую банку и наливают в нее 1,5—2,0 (2,5—3,0) дм³ воды. Банку закрывают бумажной салфеткой и дают ей отстояться в течение 24 часов при комнатной температуре. РН-метром замеряют водородный показатель и серной (азотной) кислотой доводят его до значения (4,5 ± 0,2).

7.1.2. Приготовление хлорной воды.

Колбу с пришлифованной пробкой емкостью 500 см³ трижды ополаскивают водой, приготовленной по п. 7.1.1. и наливают в нее 400 см³ этой воды. Затем в колбу вносят навеску гипохлорида кальция или хлорированную воду с известной концентрацией активного свободного хлора в таком количестве, чтобы в 1000 см³ исходной воды содержалось 2,0—2,5 мг остаточного хлора. После этого в колбу вносят воду, приготовленную по п. 7.1.1. до метки, закрывают ее пробкой и содержимое тщательно перемешивают встряхиванием в течение 5 мин.

*7.2. Определение исходной концентрации активного свободного хлора в хлорной воде*

7.2.1. Приготовление 0,005 %-ного раствора метилового оранжевого. 50 мг метилового оранжевого растворяют в дистиллированной воде, в колбе вместимостью 1000 см³, 1 см³ этого раствора эквивалентен 0,0217 мг остаточного свободного хлора .

7.2.2. Приготовление 5 N раствора соляной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 60—70 см³ дистиллированной воды и медленно, порциями прибавляют 40 см³ концентрированной соляной кислоты, дистиллированной водой доводят объем колбы до метки.

7.2.3. Определение концентрации остаточного свободного хлора. 100см³ анализируемой хлорной воды наливают в фарфоровую чашку, добавляют 3 капли 5 N раствора соляной кислоты, перемешивают и быстро титруют раствором метилового оранжевого до появления неисчезающей розовой окраски. Концентрацию остаточного свободного хлора вычисляют по формуле:

$$X = \frac{0{,}04 + (v \cdot 0{,}0217) \cdot 100}{V}$$ (мг/ дм³), где

$v$ – количество 0,005 %-ного раствора метилового оранжевого, пошедшего на титрование, см³;

0,0217 – титр раствора метилового оранжевого;

0,04 – эмпирический коэффициент;

$V$ – объем исходной хлорной воды пробы, см³.

*7.4. Построение градуировочного графика*

7.4.1. Проведение анализа хлорной воды с исходной концентрацией остаточного свободного хлора на приборе ЛИК.

**Внимание!** При построении графика во избежание загрязнения реактива одна насадка дозатора пипеточного используется только для отбора реактива, а вторая – хлорной воды.

Крышку прибора передвигают до упора вперед, снимают крышку-дозатор, извлекают из реакционной камеры кювету из стекла и наливают в нее 0,1 см³ реактива на основе люминола дозатором пипеточным. Кювету с реактивом помещают в реакционную камеру и закрывают ее крышкой-дозатором. Затем в полость крышки-дозатора вносят 0,2 см³ хлорной воды, приготовленной по п. 7.1.2 дозатором пипеточным, предварительно сменив у него наконечник.

Крышку прибора передвигают до упора назад, нажимают на нее рукой, снимают показания прибора. Определение повторяют 5 раз, вычисляют среднее значение сигнала, которое будет соответствовать исходной концентрации остаточного свободного хлора в приготовленной хлорной воде.

7.4.2. Приготовление разведений из исходной хлорной воды.

5 чистых пробирок с притертой пробкой трижды ополаскивают водой, приготовленной по п.7.1.1. В каждую пробирку вносят соответственно:

1 – 0,5 см³; 2 – 1,0 см³; 3 – 1,5 см³; 4 – 2,0 см³; 5 – 2,5 см³ исходной хлорной воды, приготовленной по п. 7.1.2. , в эти же пробирки вносят соответственно:

1 – 4,5 см³; 2 – 4,0 см³; 3 – 3,5 см³; 4 – 3,0 см³; 5 – 2,5 см³ воды, приготовленной по п. 7.1.1. Пробирки закрывают пробками и содержимое тщательно перемешивают, встряхивая в течение 3 минут. Если исходная концентрация свободного активного хлора в воде была 2,0 мг/дм³, то: в пробирке 1 – 0,2 мг/дм³, в пробирке 2 – 0,4 мг/дм³, в пробирке 3 – 0,6 мг/дм³ , в пробирке 4 – 0,8 мг/дм³, в пробирке 5 – 1,0 мг/дм³.

После приготовления разведений хлорной воды их анализируют на приборе ЛИК, как указано в п. 7.4.1. и по полученным данным строят градуировочный график в координатах: величина измеряемого сигнала (отн. единицы) – концентрация свободного активного хлора (мг/дм³).

Построенный график уточняют и корректируют только после поверки прибора ЛИК (1 раз в год) путем анализа трех разведений хлорной воды с известной концентрацией.

## 8. Выполнение измерений концентрации остаточного свободного хлора в водопроводной воде

### *8.1. Определение остаточного свободного хлора в воде*

Открывают водопроводный кран и через 10 минут после истечения из него воды в мерный стакан объемом 100 см³ отбирают 70—80 см³ и анализируют ее на приборе ЛИК, как указано в п. 7.4.1. Вычисляют среднее значение сигнала и по градуированному графику определяют искомую величину концентрации остаточного свободного хлора.

*8.2. Определение связанного остаточного свободного хлора*

В мерный стакан объемом 100 см³ вносят 2 капли 20 %-ной серной кислоты. Открывают водопроводный кран и через 10 минут после истечения из него воды, в стакан отбирают 50—60 см³ воды, перемешивают 1 минуту и анализируют на приборе ЛИК, как указано в п. 7.4.1.

Вычисляют среднее значение сигнала, по градуировочному графику определяют искомую концентрацию и из полученного значения вычитают величину концентрации остаточного свободного хлора, полученную по п. 8.1. По разности определяют концентрацию связанного свободного хлора в виде хлор, дихлорамина.

*8.3. Определение хлороемкости воды*

В исходную очищенную воду порциями добавляют хлор, перемешивают, отбирают пробу объемом 100 см³, через 30 минут после прибавления хлора анализируют на приборе ЛИК, как указано в п. 7.4.1. Величина сигнала на приборе должна соответствовать концентрации остаточного свободного хлора 0,01—0,02 мг/дм³.

## 9. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляются протоколом по форме:

Протокол №

Протокол определения остаточного хлора
1. Дата проведения анализа _____
2. Место отбора пробы _____
3. Название лаборатории _____
4. Юридический адрес _____

Результаты химического анализа

| № пробы | Определяемый ингредиент | Концентрация, мг/дм³ | Погрешность измерения, % |
|---|---|---|---|
| | | | |

Ответственный исполнитель
Заведующий лабораторией

## 10. Контроль погрешности измерения

Контроль погрешности измерения содержания в воде хлора проводят с помощью приготовленной хлорной воды с концентрацией в ней хлора 2,0—2,5 мг/дм $^3$.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений содержания по формуле:

$$\overline{C} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} C_i \text{, где}$$

n – число измерений;

$C_i$ – результат измерений;

$i$ – число измерений в серии;

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение измерений.

Полученное значение должно удовлетворять условию:

$$C - \Delta \le Ci \le C + \Delta \text{, где}$$

$\Delta$ – граница погрешности результата измерения, мг/дм$^3$.

Рассчитывают среднеквадратическое отклонение результата измерений концентраций хлора, введенного в воду и выражают в единицах концентрации

$$S = \sqrt{(C_i - C)/n - 1}$$

и относительную квадратичную погрешность результата измерения содержания ( хлора, железа, хрома, меди )

$$S_{отн.} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot 100\,\%$$

Сравнивают полученные значения отклонения результата измерений с предельно допустимыми погрешностями. Если выполняется условие $S_{отн.} \le \Delta$, то воспроизводимость измерения является удовлетворительной. Если нет, то устраняют причины.

gost.e-ecolog.ru