
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

ГОСТ Р
(проект, 1 редакция)

ГИПОХЛОРИТ НАТРИЯ, ВОДНЫЙ РАСТВОР

Технические условия

Настоящий проект стандарта не подлежит применению
до его утверждения



Москва
Стандартинформ
20__

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0-2012 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения». Правовые основы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 29 июня 2015 г. №162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ФГБУН Институт водных проблем РАН.

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «__» ____ 20__ г.

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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.

© Стандартинформ, 20__

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

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Технические требования	3
4 Методы анализа	4
4.1 Отбор проб	4
4.2 Общие указания по проведению анализа	5
4.3 Определение внешнего вида продукта	5
4.4 Определение массовой концентрации активного хлора.....	5
4.5 Определение массовой концентрации щелочных компонентов в пересчёте на NaOH.....	8
4.6 Определение коэффициента светопропускания.....	11
4.7 Определение массовой концентрации железа фотометрическим методом.....	12
4.8 Определение содержания хлоритов, хлоратов и броматов.....	14
4.9 Определение содержания элементов (Fe, As, Cd, Cr, Hg, Ni, Pb, Sb, Se) методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой.....	20
5 Транспортирование, маркировка, хранение.....	25
5.1 Поставка и транспортирование продукта.....	25
5.2 Маркировка продукта.....	25
5.3 Складирование и хранение.....	26
Приложение А (информационное) Общие данные по гипохлориту натрия.....	28
Приложение В (нормативное) Общие правила безопасности.....	29
Библиография.....	33
Библиографические данные.....	33

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 позволяет 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.

ВОДНЫЙ РАСТВОР ГИПОХЛОРИТА НАТРИЯ

Технические условия

Sodiumhypochlorite aqueous solution. Specifications.

Дата введения – 20 – –

1 Область применения

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

Водный раствор гипохлорита натрия предназначен для применения в локальных или централизованных системах питьевого водоснабжения, для обеззараживания воды плавательных бассейнов, а также для использования в фармацевтике, здравоохранении, сельском хозяйстве, пищевой промышленности.

Химическое название: натрий гипохлорит

Химическая формула: NaOCl

Относительная молекулярная масса: 74,44

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ ISO 3696-2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4457-74 Реактивы. Калий бромовато-кислый. Технические условия

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ Р

(проект, 1 редакция)

- ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4919.1-77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
- ГОСТ 10157-79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
- ГОСТ 10555-75 Реактивы и особо чистые вещества. Колориметрические методы определения содержания примеси железа
- ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 12257-93 Хлорат натрия технический. Технические условия
- ГОСТ 17299-78 Спирт этиловый технический. Технические условия
- ГОСТ 19433-88 Грузы опасные. Классификация и маркировка
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
- ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
- ГОСТ 28311-89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний
- ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29224-91 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения
- ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ 31340-2007 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования
- ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб
- ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных документов в информационной системе общего пользования – на официальных сайтах национального органа Российской Федерации по стандартизации и федерального органа исполнительной власти, утвердившего данный стандарт организации, в сети Интернет или по официальным периодическим печатным изданиям (каталогам и/или информационным указателям) этих органов. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом организации следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Водный раствор гипохлорита натрия должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

3.2 Технические характеристики

3.2.1 По физико-химическим показателям водный раствор гипохлорита натрия должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 3.1

Таблица 3.1 – 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	10-15
5	Массовая концентрация железа (Fe), мг/дм ³ , не более	2,5
6	Массовая концентрация 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
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

ГОСТ Р

(проект, 1 редакция)

Примечания к таблице 3.1:

- Показатели качества с п.1 по п.5 определяют от каждой партии;
- Показатели качества с п.6 по п.16 определяют периодически, по требованию заказчика, а также при смене технологического режима работы.
- Допускается потеря активного хлора не более 1% в сутки от первоначального содержания (при условии хранения продукта при температуре не выше 15⁰С).
- Количественные показатели примесей по п. 6 относятся к активному хлору.

3.2.2 Продукт поставляется в виде водного раствора с массовым содержанием активного хлора не менее 170 г/дм³.

3.2.3 Плотность товарного раствора с массовым содержанием активного хлора 170 г/дм³ при 20⁰С составляет 1240 г/дм³. Плотность товарного раствора с массовым содержанием активного хлора 190 г/дм³ при 20⁰С составляет 1260 г/дм³.

3.3 Требования по 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.

4 МЕТОДЫ АНАЛИЗА ¹

4.1 Отбор проб

При отборе проб следует руководствоваться положениями ГОСТ 31861.

4.1.1 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 стеклянной трубкой.

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

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

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

Объем точечной пробы не менее 100 см³.

4.1.2 Точечные пробы соединяют, перемешивают и отбирают среднюю пробу объемом не менее 250 см³. 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.

4.2 Общие указания по проведению анализа

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

4.3 Определение внешнего вида продукта

Внешний вид продукта определяют визуально в пробирке П1-30-250 по ГОСТ 25336.

4.4 Определение массовой концентрации активного хлора

4.4.1 Аппаратура, реактивы, растворы.

Бюретка по ГОСТ 29251 вместимостью 50 см³, 25 см³.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, не ниже 2-го класса точности с ценой деления не менее 0,001 г.

Колбы конические типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³, 500 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см³, 1000 см³.

Колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см³.

Пипетки по ГОСТ 29169 вместимостью 10 см³.

Стакан стеклянный по ГОСТ 25336 объемом 50 см³.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 25 см³.

Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100⁰С и точностью определения не менее ± 2⁰С.

Вода для лабораторного анализа, степени очистки 2 по ГОСТ ISO 3696.

Кислота серная, раствор молярной концентрации с (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1, раствор годен в течении 6 месяцев со дня приготовления.

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

Натрий серноватисто-кислый (тиосульфат натрия), раствор молярной концентрации с $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, готовят из стандарт-титра в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220 марки х.ч., раствор молярной концентрации $C(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³, готовят следующим образом:

На весах в стеклянном стакане взвешивают точно $(4,903 \pm 0,001)$ г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, навеску количественно переносят в мерную колбу на 1000 см³, 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 месяцев. Допускается готовить раствор из стандарт-титра в соответствии с прилагаемой к стандарт-титру инструкцией.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20%.

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

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30% (р-р Б), указание в ГОСТ 25794.2.

4.4.2 Установление поправочного коэффициента раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм³

Для установки поправочного коэффициента используют 0,1 моль/дм³ раствор двуххромовокислого калия. Для этого в три конические колбы вместимостью 500 см³ пипеткой помещают по 10 см³ раствора калия двуххромовокислого, 10 см³ калия йодистого (р-р Б), 20 см³ раствора серной кислоты (20%), сразу закрывают пробкой, перемешивают и выдерживают в темном месте в течение 10 минут. После этого добавляют 200 см³ воды для лабораторного анализа (второй степени чистоты) и титруют выделившейся йод раствором тиосульфата натрия до перехода окраски в светло-желтую. Затем прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Поправочный коэффициент K определяют по формуле (1):

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

где:

V_1 - объем 0,1 моль/дм³ раствора двуххромовокислого калия, взятый на титрование, см³;

V - объем 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

Поправочный коэффициент определяют при температуре окружающей среды и рабочих растворов $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и вычисляют с точностью до 4-го знака по каждому из трех установочных объемов двухромовокислого калия.

Расхождение между максимальным и минимальным объемом, пошедшим на титрование 3-х параллельных определений не должно превышать $\pm 0,05 \text{ см}^3$. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Значение коэффициента поправки должно быть равным $1,00 \pm 0,03$.

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 появился осадок или хлопья, раствор заменяют свежеприготовленным.

4.4.3 Проведение анализа

10 см^3 водного раствора гипохлорита натрия, имеющего температуру $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, переносят пипеткой в мерную колбу на 250 см^3 , доводят объём 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 тёмное место.

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

4.4.4 Обработка результатов.

Массовую концентрацию активного хлора (X), г/дм^3 , вычисляют по формуле (2)

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,003545 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10}, \quad (2)$$

где

V - объём раствора серноватисто-кислого натрия концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованный на титрование, см^3 ;

K - коэффициент поправки раствора серноватисто-кислого натрия концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$;

0,003545 - масса активного хлора, соответствующая 1 см^3 раствора серноватисто-кислого натрия концентрации точно $0,1 \text{ моль/дм}^3$, г.

ГОСТ Р

(проект, 1 редакция)

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 4.1, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4.1 - 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, полученных в разных лабораториях), R , %
85-200	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.

4.5 Определение массовой концентрации щелочных компонентов в пересчёте на NaOH

4.5.1 Аппаратура, реактивы, растворы.

Бюретка по ГОСТ 29251 вместимостью 25 или 50 см³.

Колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см³, 500 см³.

Пипетка по ГОСТ 29169 вместимостью 50 см³.

Пипетка по ГОСТ 29169 вместимостью 2, 5 и 10 см³.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 25 см³.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см³.

Шкаф сушильный любого типа.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, не ниже 2-го класса точности с ценой деления не менее 0,001 г.

«Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100⁰C и точностью определения не менее $\pm 2^0$ C».

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Вода для лабораторного анализа, степени очистки 2 по ГОСТ ISO 3696.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 10%, нейтрализованный раствором натрия гидроксида 0,1 моль/дм³ до рН 6,0-7,0.

Натрия гидроксид, раствор молярной концентрации с (NaOH)=0,1 моль/дм³.

Соляная кислота, раствор молярной концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм³

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 марки А.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х.ч.

Бромкрезоловый зеленый (индикатор).

Метиловый красный (индикатор).

4.5.2 Приготовление раствора углекислого натрия молярной концентрации $C(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 500 см³ 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 месяца.

4.5.3 Приготовление раствора смеси индикаторов (для титрования до рН 4,5)

Растворяют (0,200±0,005) г бромкрезолового зеленого и (0,015±0,002) г метилового красного в 100 см³ этилового спирта.

Раствор хранят в емкости из темного стекла не более 6 месяцев.

4.5.4 Установление точной концентрации соляной кислоты концентрацией

0,1 моль/дм³ по углекислому натрию

Для установки поправочного коэффициента используют 0,1 моль/дм³ раствор углекислого натрия. Для этого в три конические колбы вместимостью 250 см³ пипеткой вносят 5,0 см³ раствора углекислого натрия и добавляют 40±5 см³ воды для лабораторного анализа. Титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ соответственно, фиксируя конечную точку титрования потенциметрически при значении рН 4,5±0,1 или визуально со смесью индикаторов до перехода окраски из синезеленой в серую.

Поправочный коэффициент определяют по формуле (3):

$$K = \frac{m \cdot V_{Na_2CO_3} \cdot 1000}{53,0 \cdot V_{HCl} \cdot V_{колбы} \cdot C_{HCl}} \quad (3)$$

где m - масса углекислого натрия, взятого для приготовления раствора (5,2 г для приготовления 0,1 моль/дм³), г;

$V_{Na_2CO_3}$ - объем раствора углекислого натрия, взятый для титрования, см³;

1000 - коэффициент пересчета;

C_{HCl} – заданная концентрация раствора соляной кислоты (0,1 моль/дм³);

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

V_{HCl} - объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование углекислого натрия, см³;

$V_{колбы}$ - объем колбы, взятый для приготовления раствора углекислого натрия, см³.

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 объемом, пошедшим на титрование 3-х параллельных определений не должно превышать $\pm 0,05$ см³. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Значение коэффициента поправки должно быть равным $1,00 \pm 0,03$.

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 появился осадок или хлопья, раствор заменяют свежеприготовленным.

4.5.5 Проведение анализа

50 см³ разбавленного раствора гипохлорита натрия приготовленного по п.4.4.3, переносят пипеткой в коническую колбу и осторожно небольшими порциями прибавляют 20-25 см³ 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 её содержимое раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора.

Допускается проводить титрование потенциометрическим методом, в этом случае титрование проводят до рН $8,3 \pm 0,1$.

4.5.6 Обработка результатов

Массовую концентрацию щёлочи в пересчёте на NaOH (X_1), г/дм³, вычисляют по формуле (4):

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0,004 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 50}, \quad (4)$$

где V – объём раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K – коэффициент поправки раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³;

0,004 – масса гидроксида натрия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 4.2, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4.2 - 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, полученных в разных лабораториях), R , %
2,0-50,0	5	4	7

4.6 Определение коэффициента светопропускания

4.6.1. Аппаратура

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

Воронка фильтрующая типа ВФ по ГОСТ 25336 исполнения 1 или 2 ПОР 16.

Кювета стеклянная с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

4.6.2. Проведение анализа

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

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 4.3, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4.3 - Метрологические характеристики методики определения коэффициента светопропускания

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

4.7 Определение массовой концентрации железа фотометрическим методом**4.7.1. Аппаратура, реактивы**

Колба коническая типа Кн по ГОСТ 25336 исполнения 1 или 2 вместимостью 100 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнения 1 или 2 вместимостью 50; 100 см³.

Пипетки с одной меткой 2-го класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью 10; 20; 25 см³.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ ISO 3696.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 исполнения 1 или 3 вместимостью 10 см³.

Кислота соляная ХЧ по ГОСТ 3118.

Электроплитка любой марки.

Фотоколориметр или спектрофотометр любой марки, измеряющий светопоглощение при $\lambda = 420$ нм.

4.7.2. Проведение анализа

Все действия строго проводят только в вытяжном шкафу!

20 см³ хорошо перемешанной пробы водного раствора гипохлорита, отмеренные пипеткой на 20 см³, переносят в мерную колбу на 100 см³, доводят до метки водой для лабораторного анализа степени очистки 2 и тщательно перемешивают.

25 см³ полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу на 100 см³, осторожно приливают 5,0 см³ концентрированной соляной кислоты и кипятят при среднем нагреве на электроплитке в течение 5 минут.

Затем раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу на 50 см³ 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 месяца по 3-м 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} в мг/дм³, вычисляют по формуле (5):

$$X_{Fe} = \frac{m \cdot 100 \cdot 1000}{V \cdot 25}, \quad (5)$$

где,

m - масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V - объем исходной пробы водного раствора гипохлорита натрия взятый для анализа, см³.

В случае превышения концентрации верхнего предела градуировочного графика, исходную пробу разбавляют в 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 4.4, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4.4. - 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, полученных 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

4.8 Определение содержания хлоритов, хлоратов и броматов

4.8.1 Сущность метода

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

4.8.2 Аппаратура, реактивы, растворы, посуда

Ионный хроматограф 881 Compact IC pro-Anion-MCS, производства Metrohm AG или любой другой состоящий из следующих частей:

- Анионный подавитель фоновой электропроводности элюента (супрессор);
- Кондуктометрический детектор;
- Автосамплер
- Колонка хроматографическая для разделения анионов, например Metrosep A Supp 10-250/4.0;
- Предколонка
- Насос с низкой пульсацией
- Петля-дозатор объемом 20 или 100 мкл

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, не ниже 2-го класса точности с ценой деления не менее 0,001 г.

Дозаторы лабораторные с переменным объемом 200-1000 мкл и 1-5 см³ по ГОСТ 28311.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью 50; 100; 200; 500; 1000 см³.

Пипетки с одной меткой 2-го класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью 1; 2; 5; 10 см³.

Виалы хроматографические для автосамплера.

Шприцы одноразовые на 10 см³ 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 по ГОСТ ISO 3696 с удельной электрической проводимостью не более 1 мкСм/см.

Калия бромат ХЧ 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 технический с содержанием основного вещества не менее 80 %.

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

4.8.3 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.

4.8.4 Приготовление стандартных и рабочих растворов

Приготовление стандартного раствора хлорит-ионов с концентрацией 1000 мг/дм³

В мерной колбе вместимостью 200 см³ растворяют 0,335 г хлорита натрия приблизительно в 150 см³ воды для лабораторного анализа и доводят объем раствора до метки. Приготовленный раствор годен в течении 2-х месяцев при условии хранения в ёмкости из темного стекла при температуре 2- 8°C.

Приготовление рабочих растворов хлорит-ионов с концентрацией 10 и 100 мг/дм³

Рабочие растворы с концентрацией хлорит-ионов 100 и 10 мг/дм³ готовят в мерной колбе вместимостью 50 см³ путем соответствующего разбавления водой для лабораторного анализа стандартного раствора хлорит-ионов 1000 мг/см³. Приготовленные

ГОСТ Р

(проект, 1 редакция)

растворы пригодны в течение 1 недели при условии хранения в ёмкости из темного стекла при температуре 2- 8°C.

Приготовление стандартного раствора хлорат-ионов с концентрацией 1000 мг/дм³

В мерной колбе вместимостью 200 см³ растворяют 0,255 г хлората натрия приблизительно в 150 см³ воды для лабораторного анализа и доводят объем раствора до метки. Приготовленный раствор годен в течение 3-х месяцев при условии хранения в ёмкости из темного стекла при температуре 2- 8°C.

Приготовление рабочих растворов хлорат-ионов с концентрацией 10 и 100 мг/дм³

Рабочие растворы с концентрацией хлорат-ионов 100 и 10 мг/дм³ готовят в мерной колбе вместимостью 50 см³ путем соответствующего разбавления водой для лабораторного анализа стандартного раствора хлорат-ионов 1000 мг/см³. Приготовленные растворы пригодны в течение 1 месяца при условии хранения в ёмкости из темного стекла при температуре 2- 8°C.

Приготовление стандартного раствора бромат-ионов с концентрацией 1000 мг/дм³

В мерной колбе вместимостью 200 см³ растворяют 0,261 г бромата калия приблизительно в 150 см³ воды для лабораторного анализа и доводят объем раствора до метки. Приготовленный раствор годен в течение 3-х месяцев при условии хранения в ёмкости из темного стекла при температуре 2- 8°C.

Приготовление рабочих растворов бромат-ионов с концентрацией 10 и 100 мг/дм³

Рабочие растворы с концентрацией бромат-ионов 100 и 10 мг/дм³ готовят в мерной колбе вместимостью 50 см³ путем соответствующего разбавления водой для лабораторного анализа водой бромат-ионов 1000 мг/см³. Приготовленные растворы пригодны в течение 1 месяца при условии хранения в ёмкости из темного стекла при температуре 2-8°C.

Примечание: Вместо приготовленных стандартных растворов хлорит-ионов, бромат-ионов, хлорат-ионов с концентрацией 1000 мг/дм³ допускается применение готовых сертифицированных стандартных растворов импортного производства, например фирмы Fluka (каталожные номера ICS004; ICS002; ICS006)

4.8.5 Приготовление градуировочных растворов

Шкалу градуировочных растворов хлорит-ионов, бромат-ионов, хлорат-ионов готовят непосредственно перед проведением градуировки путем разбавления рабочих растворов по п. 4.8.4 водой для лабораторного анализа в соответствии с таблицей 4.5:

Таблица 4.5 – 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
		C=10 мг/дм ³	C=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.

4.8.6 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 3 месяца, а так же при смене колонки, после ремонта.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному из градуировочных растворов перед проведением серии анализов. 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.

4.8.7 Выполнение измерений

К анализу проб приступают как можно быстрее. В случае невозможности провести анализ в течение 3-х часов с момента отбора проб, пробу помещают в холодильник и хранят не более 1 суток при температуре 2-8°C.

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 см³ исходной пробы разбавляют в мерной колбе на 200 см³). 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 минут. 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 в большее количество раз и проводят повторное измерение концентрации.

4.8.8 Обработка результатов

4.8.8.1 Массовую концентрацию хлорит-ионов (ClO₂⁻) в анализируемой пробе в г/дм³ вычисляют по формуле (6):

$$X_{ClO_2^-} = \frac{C_{ClO_2^-} \cdot Kp}{1000}, \quad (6)$$

где,

$C_{ClO_2^-}$ - массовая концентрация хлорит-ионов найденная с помощью программы обработки хроматографических данных в разбавленной пробе в соответствии с градуировочной характеристикой, мг/дм³;

Kp - коэффициент разбавления исходной пробы, $Kp = \frac{V_{\text{мерн. колбы}}}{V_{\text{пробы}}}$

4.8.8.2 Массовую концентрацию хлорат-ионов (ClO₃⁻) в анализируемой пробе в г/дм³ вычисляют по формуле (7):

$$X_{\text{ClO}_3^-} = \frac{C_{\text{ClO}_3^-} \cdot Kp}{1000}, \quad (7)$$

где $C_{\text{ClO}_3^-}$ - массовая концентрация хлорат-ионов найденная с помощью программы обработки хроматографических данных в разбавленной пробе в соответствии с градуировочной характеристикой, мг/дм³;

$$Kp - \text{коэффициент разбавления исходной пробы, } Kp = \frac{V_{\text{мерн.колбы}}}{V_{\text{пробы}}}.$$

4.8.8.3 Массовую концентрацию хлорат-ионов в анализируемой пробе в % от активного хлора вычисляют по формуле (8):

$$X_{\text{ClO}_3^-}' = \frac{X_{\text{ClO}_3^-}}{C_{\text{акт.хлора}}} \cdot 100 \quad (8)$$

где $X_{\text{ClO}_3^-}$ - массовая концентрация хлорат-ионов найденная по формуле в пункте 4.8.8.2, г/дм³;

$C_{\text{акт.хлора}}$ - массовая концентрация активного хлора в анализируемой пробе, найденная по п. 4.4. настоящего стандарта.

4.8.8.4 Массовую концентрацию бромат-ионов в анализируемой пробе в мг/дм³ вычисляют по формуле (9):

$$X_{\text{BrO}_3^-} = C_{\text{BrO}_3^-} \cdot Kp, \quad (9)$$

где $C_{\text{BrO}_3^-}$ - массовая концентрация бромат-ионов найденная с помощью программы обработки хроматографических данных в разбавленной пробе в соответствии с градуировочной характеристикой, мг/дм³;

$$Kp - \text{коэффициент разбавления исходной пробы, } Kp = \frac{V_{\text{мерн.колбы}}}{V_{\text{пробы}}}.$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости в соответствии с таблицей 4.6, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4.6 - 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, полученных 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

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

4.9.1 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.

4.9.2 Аппаратура, реактивы, растворы, посуда

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Spectro ARCOS производства фирмы SPECTRO или любой другой с характеристиками: частота генератора 27,12 мГц, спектральный диапазон 130-770 нм, спектральное разрешение $\leq 0,006$ нм, радиальное наблюдение плазмы. Для анализа водного раствора гипохлорита натрия используют горелку для высокосолевых проб с увлажнителем аргона.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, не ниже 2-го 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) см³ 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 № 1.09494.0100 (Quality Control Standard, производство Merck) содержащий As, Be, Cd, Cr, Se, Hg, Ni, Pb, Tl, мг/дм³ с номинальной концентрацией 100 мг/дм³ и допускаемой погрешностью аттестованного значения ± 1 мг/дм³. Допускается применение других многоэлементных стандартных растворов.

Азотная кислота, ОСЧ по ГОСТ 11125 или импортная квалификации «Ultrapure», «Niperpure»

Пероксид водорода H₂O₂ 29-32 % производства Panreac (код 131077) для аналитики (ACS.ISO) или производства Merck Millipore квалификации Suprapur (код 107298)

Аргон газообразный, высокой чистоты по ГОСТ 10157

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

Вода для лабораторного анализа, степень чистоты не ниже 2 по ГОСТ ISO 3696

Бумага индикаторная универсальная

4.9.3 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

4.9.4 Приготовление градуировочных растворов

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

4.9.4.1 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/дм³.

Вскрывают ампулу стандартного раствора, содержащего 1 мг/см³ элемента, 2,5 см³ стандартного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Доводят до метки 5%-ным раствором азотной кислоты и перемешивают. Срок хранения раствора 3 месяца при температуре 2-8 °С.

4.9.4.2 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, что бы конечные номинальные массовые концентрации ионов элементов в растворе составляли 10 мг/дм³.

Вскрывают ампулу стандартного раствора, содержащего 1 мг/см³ элемента, 1,0 см³ стандартного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят до метки 5%-ным раствором азотной кислоты и перемешивают. Срок хранения раствора 2 месяца при температуре 2-8 °С.

4.9.4.3 Приготовление матричных градуировочных растворов с добавками элементов 1; 0,5 и 0,1 мг/дм³

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 4.7. До метки доводят матричным раствором гипохлорита натрия подготовленным по п. 4.9.6.

Таблица 4.7 - 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
Матрица, раствор гипохлорита натрия	-	-	-	7 дней
1	1	-	50	7 дней
0,5	0,5	-	50	7 дней
0,1	-	0,5	50	7 дней

Допускается готовить растворы отличные от указанных в таблице 4.4, в т.ч. увеличивать диапазон градуировочной характеристики в соответствии с возможностями прибора.

4.9.5 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. п. 4.9.6).

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

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 (10):

$$100 \cdot \frac{[C_k - C]}{C} \leq G \quad (10)$$

где C_k – измеренное значение массовой концентрации элемента в градуировочном растворе, мг/дм³

C – действительное значение массовой концентрации элемента в градуировочном растворе, мг/дм³

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.

4.9.6 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 см³ раствора. Переносят в стакан на 100 см³, осторожно, по каплям добавляют объем пероксида водорода, рассчитанный по формуле (11):

$$V = \frac{V_{NaOCl} \cdot C_{NaOCl} \cdot 34 \cdot 100}{1000 \cdot 70,9 \cdot W_{H_2O_2} \cdot \rho_{H_2O_2}}, \quad (11)$$

где,

V_{NaOCl} – объем аликвотной части водного раствора гипохлорита натрия, взятого для анализа, см³;

C_{NaOCl} – концентрация активного хлора в анализируемом водном растворе гипохлорита натрия, г/дм³;

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

$\rho_{H_2O_2}$ – плотность раствора пероксида водорода, г/см³.

После прекращения бурной реакции в раствор добавляют 1-2 см³ концентрированной азотной кислоты. Смесь перемешивают. Через полученный раствор барботируют гелий в течение 10 минут, затем оставляют его под вытяжкой примерно на 15 минут. По истечении 15 минут раствор количественно переносят в мерную колбу на 100 см³, 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.

4.9.7 Обработка результатов

Массовые концентрации определяемых элементов на 1 дм³ водного раствора гипохлорита натрия вычисляют по формуле (12):

$$X = Y \cdot Kp \quad (12)$$

где,

X – массовая концентрация определяемого элемента в пробе, мг/дм³;

Y – содержание определяемого элемента, найденное по градуировочной характеристике, мг/дм³;

Kp – коэффициент разведения, $Kp=5$ (при аликвоте пробы 20 см³ и объемом мерной колбы 100 см³).

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

Таблица 4.8 - Метрологические характеристики метода определения содержания микроэлементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии 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 , %
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

5. Транспортирование, маркировка, хранение

5.1 Поставка и транспортирование продукта

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

5.1.2 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.

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

5.1.4 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.

5.1.5 На грузовые единицы наносится маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, с нанесением знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 8, подкласс 8, 2, черт.8).



Черт.8

5.2 Маркировка продукта

5.2.1 Маркировка продукта должна содержать следующее:

- наименование «водный раствор гипохлорита натрия», торговое название, качество и тип;

- масса нетто;

- наименование и адрес поставщика и/или производителя;

- указание «данный продукт соответствует ГОСТ Р...»

5.2.2 Маркировка должна иметь содержать предупредительные знаки согласно видам опасности по ГОСТ 31340 (класс опасности 1А – H314, класс опасности 1 – H318, класс опасности 2 – H411).



H314, H318



H411

5.3 Складирование и хранение

5.3.1 Водный раствор гипохлорита натрия следует хранить в защищенном от света, особенно от прямых солнечных лучей, месте. Емкости с продуктом должны храниться в прохладном месте в емкостях из коррозионно-стойкого материала к воздействию гипохлорита натрия [1].

Образование давления в емкостях должно предотвращаться при помощи подходящего устройства сброса давления.

5.3.2 На долговременную стабильность оказывают значительное влияние тепло, свет, показатель pH и присутствие ионов тяжелых металлов. Раствор постепенно разлагается с уменьшением концентрации активного хлора и выделением кислорода. При этом повышается концентрация хлората.

5.3.3 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).

Приложение А
(информационное)

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

Приложение Б (нормативное)

Общие правила безопасности

В.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 производственного раствора гипохлорита натрия.

В 1.1 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.

В 1.2 Инструктивные материалы должны предусматривать меры по укреплению химической стабильности раствора гипохлорита натрия с целью предотвращения опасных воздействий на человека продуктов распада этого раствора.

В 1.3 Все требования по безопасности согласовываются с соответствующими национальными законодательными нормами, обязательными для исполнения.

В 2 Поведение в аварийных ситуациях

В 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 сенсibilизации (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.

В 2.2 Меры по оказанию первой помощи

В 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.

В 2.2.2 При действии на кожу немедленно снять всю загрязненную одежду. Осторожно промыть загрязненный 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.

В 2.2.3 При попадании гипохлорита натрия в глаза немедленно обильно, но осторожно промыть глаза водой в течение 10 – 12 мин. Снять контактные линзы, если ими пользуется пострадавший и если это легко сделать, после чего продолжить промывание глаз водой. Ввести в конъюнктивный мешок 1 – 2 капли 2%-ного раствора новокаина, а также 30%-ого раствора альбуцида натрия. При ожогах наложить асептическую повязку. Срочно госпитализировать!

В 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.

В 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.

В.2.3 Порядок действий при ликвидации аварийных и чрезвычайных ситуаций

В 2.3.1 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.

В 2.3.2 Место разлива промыть большим количеством воды. Не допускать попадания продукта в водоемы и в канализацию. Полученный разбавленный раствор гипохлорита

натрия восстановить при помощи сульфита натрия, гидросульфита натрия, перекиси водорода или тиосульфата натрия.

В.3 Противопожарные меры

В 3.1 Гипохлорит натрия негорюч и взрывобезопасен. При контакте с органическими горючими веществами (опилки, ветошь и др.) в процессе высыхания может вызвать возгорание.

В 3.2 В очаге пожара гипохлорит натрия разлагается с выделением токсичных газов и кислорода, способствующего горению.

В 3.4 В зоне пожара, где присутствует гипохлорит натрия, рекомендуется производить тушение распыленной водой, песком или углекислотными огнетушителями. Не рекомендуются использовать для тушения порошковые средства, которые при высокой температуре интенсивно разрушают полимерные конструкционные материалы.

В 3.3 В случае угрозы пожара охлаждать емкости водой.

Библиография

- [1] ГОСТ 11086-76 Гипохлорит натрия. Технические условия

УДК661.833.322; 628.166.094

МКС 71.060

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

Руководитель разработки,
Директор ФГБУН ИПР РАН,
чл.-корр.РАН



В.И. Данилов-Данильян

Ответственный исполнитель,
Главный научный сотрудник,
д.т.н.



О.М. Розенталь