…

Изображение государственного Герба Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Воды природные, сточные, производственно-технические**

**ИЗМЕРЕНИЕ ХЛОРА АКТИВНОГО МЕТОДОМ ЙОДОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ**

**СТ РК \_\_\_\_– 202\_**

*Настоящий проект стандарта не подлежит*

*применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Астана**

**Предисловие**

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** ТОО «ЦентрНормТех»
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан от \_\_\_\_\_\_\_\_ года № \_\_\_\_\_\_
3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту (рекомендациям по стандартизации) публикуется в ежегодно издаваемом информационном каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в периодически издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в периодически издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Содержание**

[1 Область применения 1](#_Toc143622399)

[2 Нормативные ссылки 1](#_Toc143622400)

[3 Сущность метода 2](#_Toc143622401)

[4 Требования безопасности и охраны окружающей среды 2](#_Toc143622402)

[5 Требования к квалификации операторов 2](#_Toc143622403)

[6 Требования к условиям измерений 2](#_Toc143622404)

[7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3](#_Toc143622405)

[7.1 Средства измерений и стандартные образцы 3](#_Toc143622406)

[7.2 Вспомогательные устройства, посуда и материалы 3](#_Toc143622407)

[7.3 Реактивы 3](#_Toc143622408)

[8 Отбор проб 3](#_Toc143622409)

[9 Метод измерения 4](#_Toc143622410)

[9.1 Подготовка посуды 4](#_Toc143622411)

[9.2 Приготовление растворов 4](#_Toc143622412)

[9.3 Выполнение измерений 4](#_Toc143622413)

[9.4 Обработка результатов измерений 5](#_Toc143622414)

[10 Оформление результатов измерений 5](#_Toc143622415)

[11 Требования к показателям точности измерений 5](#_Toc143622416)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Воды природные, сточные, производственно-технические**

**ИЗМЕРЕНИЕ ХЛОРА АКТИВНОГО МЕТОДОМ ЙОДОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ**

**Дата введения \_\_\_\_\_\_\_**

# Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод выполнения измерений массовой концентрации активного хлора методом йодометрического титрования в водах природных, сточных и производственно-технических.

Диапазон измерений массовой концентрации активного хлора от 0,4 мг/дм3.

# Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы по стандартизации. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного нормативного документа (включая все его изменения):

СТ РК 1174–2003 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды, размещение и обслуживание.

СТ РК ISO 5667-4–2017 Качество воды. Отбор проб. Часть 4. Руководство по отбору проб из естественных и искусственных водоемов.

СТ РК ISO 5667-6–2017 Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и водотоков.

СТ РК ISO 5667-9–2013 Качество воды. Отбор проб. Часть 9. Руководство по отбору проб морской воды.

СТ РК ISO 5667-10–2013 Качество воды. Отбор проб. Часть 12. Руководство по отбору проб донных отложений.

[ГОСТ 12.1.004–91](https://meganorm.ru/Data2/1/4294852/4294852046.htm) Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

[ГОСТ 12.1.007–76](https://meganorm.ru/Data2/1/4294852/4294852044.htm) Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия.

ГОСТ 84–76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия.

ГОСТ 624–70 Кислота салициловая (2-оксибензойная) техническая. Технические условия.

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

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4212–2016 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Проект, редакция 1*

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия.

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 10163–76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия.

ГОСТ 20292–74 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия.

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 31861–2012 Вода. Общие требования к отбору проб.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по каталогу «Документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим периодически издаваемом информационном указателе, опубликованном в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом 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.

# Сущность метода

Метод основан на окислении йодид-ионов активным хлором до йода, который титруют раствором серноватистокислого натрия с использованием индикатора - крахмала.

# Требования безопасности и охраны окружающей среды

4.1 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности, установленные в действующих инструкциях по электробезопасности и по охране труда для персонала предприятия.

4.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по [ГОСТ 12.1.004](https://meganorm.ru/Data2/1/4294852/4294852046.htm) и иметь средства пожаротушения по СТ РК 1174.

4.3 По степени воздействия на организм человека используемые при выполнении измерений реактивы относятся к вредным веществам 1, 2, 3 класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

4.4 Отработанные образцы воды и растворов сливают в канализацию, разбавляя большим объемом воды.

# Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, отвечающие квалификационным требованиям, имеющие опыт работы по эксплуатации используемого оборудования и получившие допуск к работе в порядке, установленном на предприятии.

# Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

* температура воздуха в помещении от 10 °С до 35 °С;
* максимальная относительная влажность при температуре 25 °С не более 80 %;
* атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
* отсутствие других аналитических работ, проведения которых, может вызвать загрязнение атмосферы элементами, анализируемыми данной методикой.

# Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

## Средства измерений и стандартные образцы

Весы с ценой деления не менее 0,01 г.

Микробюретка вместимостью 5 см3 согласно ГОСТ 29251 или ГОСТ 20292.

Колбы конические вместимостью 1000 см3согласно ГОСТ 1770.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см3 согласно ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см3 согласно ГОСТ 29227 или ГОСТ 29169.

Цилиндры мерные вместимостью 100 и 500 см3 согласноГОСТ 1770.

Образец контроля хлора (хлорамин Б, Т) согласно ГОСТ 4212.

## Вспомогательные устройства, посуда и материалы

Плита электрическая.

Холодильная установка (холодильник).

## Реактивы

Кислота уксусная ледяная (ч.д.а.) ГОСТ 61.

Салициловая кислота ГОСТ 624.

Натрий углекислый 10-водный (ч.д.а.) ГОСТ 84.

Калий йодистый кристаллический (х.ч.) ГОСТ 4232.

Натрий серноватистокислый, стандарт-титр 0,1 моль/дм3 (0,1 Н)

Крахмал растворимый (ч.д.а.) ГОСТ 10163.

Серная кислота (х.ч., ч.д.а.) ГОСТ 4204.

Дистиллированная вода ГОСТ 6709.

Обеззоленные фильтры «Синяя лента» или «Белая лента».

Примечание – Допускается применение других типов средств измерений (далее – СИ), включая СО, другие технические средства и реактивы, имеющих аналогичные или более высокие метрологические и технические характеристики.

# Отбор проб

8.1 При отборе проб воды соблюдают общие требования ГОСТ 31861, СТ РК ISO 5667-4, СТ РК ISO 5667-6, СТ РК ISO 5667-9, СТ РК ISO 5667-10. Пробы помещаются в стеклянную или пластиковую посуду (тару) объемом не менее 1 дм3.

8.2 Определение следует проводить в течении 24 ч после отбора пробы при условии соблюдения температурного режима хранения и транспортировки от 2 ℃ до 6 ℃. Перед выполнением испытаний температуру образцов необходимо довести до комнатной температуры, не вскрывая тару.

# Метод измерения

## Подготовка посуды

Посуду, используемую для отбора, хранения, транспортирования и анализа проб, промывают моющими средствами, далее разбавленной 1:1 серной кислотой, затем большим количеством водопроводной воды и ополаскивают 3-4 раза дистиллированной водой.

## Приготовление растворов

9.2.1 Все растворы готовят на дистиллированной воде согласно ГОСТ 6709.

9.2.2 Раствор натрия серноватистокислого с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм3 готовят из стандарт-титра.

В мерную колбу объемом 500 см3 с помощью воронки диаметром от 9 до 10 см, высыпают содержимое флакона стандарт-титра. Промывают дистиллированной водой над воронкой внутреннюю поверхность крышки и флакона до полного удаления вещества. Затем заполняют колбу дистиллированной водой на две трети объема. После полного растворения содержимого флакона объем жидкости в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают раствор. Срок хранения раствора в посуде из темного стекла – перед применением.

9.1.2**.** Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм3

100 см3 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см3, добавляют 0,2 г углекислого натрия, доводят объем свежепрокипяченной и охлажденной до температуры от 20 С до 25 С дистиллированной водой до метки и перемешивают. При хранении и использовании следует ограничить контакт раствора с воздухом. Срок хранения раствора в посуде из темного стекла – 1 месяц.

9.1.3. Крахмал, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм3

1,25 г растворимого крахмала размешивают с 10 см3 воды до получения однородной смеси, медленно вливают, перемешивая, в 240 см3 кипящей воды и кипятят от 2 до 3 мин, охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через обеззоленный фильтр «Синяя или белая лента», трижды промытый горячей водой. Далее добавляется 0,25 г салициловой кислоты для консервации раствора, срок хранения раствора крахмала – 1 месяц.

## Выполнение измерений

9.3.1 500 см3 пробы помещают в коническую колбу при помощи мерного цилиндра объемом 500 см3, добавляют 5 см3 уксусной кислоты и 1 г йодистого калия.

Выделившийся йод оттитровывают 0,01 н раствором серноватистокислого натрия из микробюретки до появления светло-желтой окраски, после чего прибавляют 1 см3 раствора крахмала и раствор титруют до исчезновения синей окраски.

9.3.2 Холостой опыт

Измеряют значение холостой пробы, проведенной по всему ходу анализа параллельно с исследуемыми образцами.

9.3.3 При необходимости, для устранения мешающих влияний (высокое содержание мутности, цветности, нитритов, железа (III)) или содержание активного хлора более 3 мг/дм3 провести разбавление пробы. При соблюдении условий повторяемости результат представляется как среднее значение массовой концентрации активного хлора.

## Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию активного хлора *X*, мг/дм3, вычисляют по формуле

(1)

где  – объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование исследуемой пробы, см3;

– объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование дистиллированной воды, см3;

0,000355 – масса хлора, эквивалентная массе серноватистокислого натрия в 1 см3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм3, г;

*V* – объем исследуемого пробы, взятой для анализа, см3.

# Оформление результатов измерений

Результат измерения содержания элемента в анализируемой пробе *Х*, мг/дм3 предоставляют в виде:

*X ± δm , P=0,95 ,* (2)

или

*X ± Δ , P=0,95 ,* (3)

или

*X ± U, P=0,95 , k=2* (4)

где *δm* – значение показателя точности, по таблице 1;

*Δ* – значение показателя точности в единицах измеряемой величины (мг/дм3), рассчитанное по формуле (5);

*U* – значение расширенной неопределенности результата измерения.

Значение *Δ* рассчитывают по формуле:

*Δ* = *δm × Х × 0,01*  (5)

# Требования к показателям точности измерений

Приписанные характеристики показателей точности результатов измерений массовой концентрации хлора активного в водах природных, сточных и производственно-технических.соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Показатели точности измерений

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений, мг/дм3 | Показатель повторяемости,  σ*r,*% | Показатель внутрилабораторной прецизионности,  σ*R,* % | Показатель точности,  ±δ, % |
| Природные и производственно-технические воды | | | |
| От 0,4 до 1,0 | 5,0 | 7,3 | 15,1 |
| От 1,0 до 3,0 | 4,7 | 6,2 | 13,0 |
| От 3,0 до 10,0 | 3,9 | 5,1 | 10,6 |
| От 10,0 | 2,4 | 3,6 | 7,6 |
| Сточные воды | | | |
| От 0,4 до 3,0 | 6,1 | 9,7 | 19,9 |
| От 3,0 | 4,0 | 7,1 | 14,7 |

Значения показателей прецизионности, повторяемости метода измерений используют при оценке приемлемости результатов измерений.

Значения показателя точности используют при:

* оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
* оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
* оценке возможности использования результатов измерений.

**МКС 13.060**

**Ключевые слова:** хлор активный, воды природные, воды сточные, воды производственно-технические, измерение хлора активного, метод йодометрического титрования

**МКС 13.060**

**Ключевые слова:** хлор активный, воды природные, воды сточные, воды производственно-технические, измерение хлора активного, метод йодометрического титрования

РАЗРАБОТЧИК:

Товарищество с ограниченной ответственностью «ЦентрНормТех»

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Директор  ТОО «ЦентрНормТех» |  | А. Ерсiнова |
| Эксперт  ТОО «ЦентрНормТех» |  | А. Ибраева |