ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР

ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И КОНТРОЛЮ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

**СБОРНИК МЕТОДИК ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ**

**КОНЦЕНТРАЦИЙ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ**

**В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ**

ЛЕНИНГРАД. ГИДРОМЕТЕОИЗДАТ 1987

**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРА ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПО ИОДОКРАХМАЛЬНОЙ РЕАКЦИИ**

**1. Назначение методики.** Методика предназначена для измерения кон­центрации хлора в организованных газовых выбросах на предприятиях хими­ческой промышленности в диапазоне 0,1—40 мг/м3.

Чувствительность определения 0,25 мкг в 4 мл анализируемого раствора. Методика применима при температуре газов 20±Ю°С, влажности газа 30—95 %.

Относительная погрешность измерений не превышает ±25 %.

**2. Метод измерения.** Определение хлора основано на окислении иодида калия до свободного иода и колориметрическом определении выделившегося иода по иодкрахмальной реакции

С12 + 2К1 – \_\_ 12 + 2КС1.

Определению хлора мешают другие окислители, выделяющие иод из иодида калия: озон, двуокись азота, двуокись хлора. Озон и двуокись азота обычно не сопутствуют хлору в газовых выбросах; двуокись хлора определяется совместно как активный хлор по этой же методике.

**3. Средства измерений, реактивы, материалы:**

фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или аналогичный, ГОСТ 12083—78;

реометр стеклянный РКС, ГОСТ 9932—75Е;

секундомер, ГОСТ 5072—79Е;

поглотительные приборы Зайцева, ТУ 25-11-1081—75;

пробирки ПГКШ емкостью 5 мл, ГОСТ 10515—75;

колбы мерные емкостью 500 мл; 100 мл; 2—500—2; 2—100—2, ГОСТ 1778—74;

цилиндр измерительный емкостью 100 мл, ГОСТ 1770—74;

пипетки 6.7-2-5, ГОСТ 20292—74;

склянки Дрекселя емкостью 200 мл, ГОСТ 10378—73;

ртуть йодная, ГОСТ 3206—46;

иод, ГОСТ 4159—79, стандартный раствор концентрацией 2,5 г/л;

крахмал растворимый для иодометрии, ч, ГОСТ 10163—76, 0,2 %-ный раствор;

калий иодистый, хч или чда, ГОСТ 4232—74, 2,5-ный и 10 %-ный водные растворы;

вода дистиллированная, ГОСТ 6709—72.

**4. Подготовка и проведение измерений.**

*Приготовление растворов*

Для приготовления стандартного раствора иода навеску иода 1,2500 г, взятую с точностью до 0,0002 г, переводят в мерную колбу емкостью 500 мл, растворяют в 100 мл 10 %-ного раствора иодида калия и доводят объем водой до метки. Раствор хранят в темном месте. Из полученного раствора разбавлением 2,5 %-ным раствором иодида калия приготовляют рабочий раст­вор иода, содержащий 17,8 мкг/мл, что соответствует 5 мкг хлора в 1 мл (готовится растворением 3,6 мл стандартного раствора в мерной колбе емкостью 500 мл, используется свежеприготовленным).

Для приготовления раствора крахмала навески 2 г крахмала и 10 мг иодида ртути, взятые с точностью до 0,0002 г, растирают с небольшим количеством воды. Полученную суспензию медленно вливают в 1 л кипящей воды. Кипячение продолжают до получения прозрачного раствора. Раствор хранится в склянке с пришлифованной пробкой.

Поглотительный раствор готовится смешением 100 мл 2,5 %-ного раст­вора иодида калия и 50 мл 0,2 %-ного раствора крахмала с последующим кипячением в течение 2—3 мин. По охлаждении разбавляется водой до 500 мл и перемешивается. Раствор может храниться в склянке с пришлифованной пробкой не более 7 сут.

Измерение оптической плотности растворов с помощью фотоэлектро- колориметра ФЭК-56М проводят согласно инструкции к прибору.

*Построение градуировочной зависимости*

В 6 пробирок емкостью по 5 мл вносят 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мл рабочего раствора иода, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 мкг хлора, доводят объемы до 2,5 мл 2,5 %-ным раствором иодида калия, после чего в каждую пробирку добавляют по 2,5 мл поглотительного раствора и перемешивают. Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий иода.

Замеряют оптическую плотность стандартных растворов на фотоколо­риметре в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 582 нм. По полу­ченным данным строят градуировочную зависимость, откладывая по оси абсцисс количество хлора в мкг, а по оси ординат — соответствующие зна­чения оптической плотности.

*Отбор проб*

Для отбора пробы собирают установку, состоящую из поглотительного прибора, буферной 200-мл емкости и реометра, соединяя части установки шлангами из поливинилхлорида. Устанавливают объемный расход газа 0,25 л/мин. В поглотительный прибор вносят пипеткой 4 мл поглотительного раствора и присоединяют его к установке. Пропускают через установку 5 л воздуха с расходом 0,25 л/мин в течение 20 мин. Время контролируется по секундомеру. При отборе проб на прямом свету прибор покрывают черной бумагой.

Отобранные пробы транспортируют к месту анализа в поглотительных приборах, соединив их вход и выход шлангом из поливинилхлорида. Пробы должны быть проанализированы в течение суток. В случае непосредственного отбора пробы из газохода отбор производится через врезанный в газоход штуцер, к которому присоединяется шланг от поглотительной установки.

Измеряют оптические плотности полученных растворов по отношению к контрольному.

При содержании хлора более 1,6 мг/м3 содержимое поглотительного прибора количественно переносят в мерную колбу емкостью 100 мл, промывая поглотительный сосуд поглотительным раствором, доводят поглотительным раствором до метки и перемешивают.

**5. Обработка результатов измерений.** Содержание хлора *(С* мг/м3) в анализируемом газе вычисляют по формуле

*С'* С' 100

С = — или С = — • 4 (при содержании хлора более 1,6 мг/м ).

*V V0*

Здесь С' — количество хлора, найденное по градуировочной зависимости, мкг; *V*о — объем газа, отобранного на анализ, приведенный к нормальным условиям, л:

V0 = 273У (Р+ *АР*)

760 (273 + t)

где *V*—объем газа, отобранного на анализ, л; *Р* — атмосферное давление в момент отбора, мм рт. ст.; *АР* — избыточное давление (разрежение) газа перед реометром, мм рт. ст.; *t* — температура газа перед реометром, °С.

За результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, округленное до сотых долей мг/м3.

**6. Техника безопасности.** Все операции должны производиться согласно инструкции по технике безопасности при работе в химических лабораториях.

**7. Требования к квалификации оператора.** Анализы выполняются лабо­рантом II—IV разряда.