

Тест-комплект по выполнению измерений
массовой концентрации общего активного
хлора и озона в воде с применением
фотометра ЭКСПЕРТ-003
СТ-ФОТО Активный хлор / Озон

Инструкция по измерению

ВВЕДЕНИЕ

Хлорирование и озонирование являются наиболее распространенными способами дезинфекции воды. Содержание остаточного (активного) хлора и остаточного озона нормируется. В зависимости от типа воды установлены следующие нормативы содержания дезинфекторов:

для питьевой воды централизованных систем питьевого водоснабжения (СанПиН 2.1.4.1074-01):

- остаточный свободный хлор – в пределах 0,3-0,5 мг/л;
- остаточный связанный хлор – в пределах 0,8-1,2 мг/л;
- остаточный озон – не более 0,3 мг/л.

для питьевой воды, расфасованной в емкости (СанПиН 2.1.4.1116-02):

- остаточный свободный хлор – не более 0,05 мг/л;
- остаточный связанный хлор – не более 0,1 мг/л;
- остаточный озон – не более 0,1 мг/л.

для воды в ванне плавательных бассейнов:

в соответствии с СанПиН 2.1.2.1188-03

- остаточный свободный хлор – в пределах 0,3-0,5 мг/л при хлорировании или в пределах 0,1-0,3 мг/л при совместном применении озонирования и хлорирования, а также при хлорировании в ванне бассейна для детей до 7 лет;
- остаточный озон – не более 0,1 мг/л (перед поступлением в чашу бассейна);

в соответствии с ГОСТ Р 53491.1-2009

- остаточный связанный хлор – не более 0,8 мг/л;
- остаточный свободный хлор в подготовленной воде перед поступлением в ванну бассейна – в пределах 0,3-0,5 мг/л (для бассейнов для ходьбы, контрастных бассейнов и проходных ножных бассейнов – в пределах 0,3-0,6 мг/л, для гидромассажных ванн – в пределах 0,7-1,0 мг/л);
- остаточный озон – отсутствие.

При выборе метода обеззараживания воды следует руководствоваться рекомендациями и требованиями, изложенными в вышеуказанных нормативных документах. Тем не менее данные требования не всегда однозначны и в некоторых случаях противоречивы. Например, при обеззараживании воды плавательных бассейнов в СанПиН 2.1.2.1188-03 и ГОСТ Р 53491.1-2009 можно увидеть несоответствия требований к выбору методов обеззараживания.

Выдержка из СанПиН 2.1.2.1188-03 Плавательные бассейны. Гигиенические требования к устройству, эксплуатации и качеству воды. Контроль качества, п. 3.8 «Обеззараживание воды»

«...Для бассейнов спортивного и спортивно-оздоровительного назначения в качестве основных методов обеззараживания воды могут быть использованы озонирование, хлорирование, бромирование, а также ультрафиолетовое излучение...»

«...Учитывая опасность для здоровья побочных продуктов хлорирования (галогеносодержащих соединений), следует отдавать предпочтение альтернативным методам обеззараживания.»

Выдержка из ГОСТ Р 53491.1-2009 Бассейны. Подготовка воды. Часть 1. Общие требования, п. 9.6.1 «Дезинфицирующие средства»

«...В качестве основного средства обеззараживания воды бассейнов следует использовать хлорсодержащие реагенты, обладающие высокой и устойчивой бактерицидной активностью, обеспечивающей непрерывную дезинфекцию воды непосредственно в ванне бассейна.

Ни озон, ни УФ-излучение не обладают бактерицидным последствием, поэтому их не допускается использовать в качестве самостоятельных средств обеззараживания воды бассейнов.

Озонирование и УФ-обеззараживание допускаются только в качестве дополнительных методов дезинфекции воды бассейнов, вместе с хлорированием, с целью повысить эффективность последнего и снизить количество добавляемых хлорреагентов».

Если руководствоваться СанПиН 2.1.2.1188-03, хлорирование можно не применять вообще, отдавая предпочтение «альтернативным» методам; если руководствоваться ГОСТ Р 53491.1-2009, то, напротив, хлорирование необходимо применять в обязательном порядке, а «альтернативные» методы допускается использовать в качестве дополнительных.

При рассмотрении данного противоречия следует учитывать, что аргументация в пользу обязательного применения хлорирования выглядит более убедительной, т.к. только длительное бактерицидное последствие вносимых обеззараживающих реагентов может гарантировать микробиологическую и паразитологическую безопасность воды. Дополнительное озонирование следует применять исключительно с целью уменьшения вносимых хлорсодержащих реагентов.

Таким образом, в результате данного комбинированного обеззараживания в воде будут присутствовать сразу два дезинфектора: остаточный (активный) хлор и остаточный озон.

В этом случае для контроля качества воды в ванне бассейна следует обеспечить возможность селективного определения активного хлора в присутствии озона с одной стороны и озона в присутствии активного хлора с другой. К сожалению, эта задача трудновыполнима, т.к. активный хлор и озон имеют схожие свойства и одинаково проявляют свою окислительную способность в аналитических реакциях. Существующие стандартные методики анализа не обеспечивают требуемой селективности, можно измерить лишь суммарное содержание дезинфекторов.

Для решения сложившейся проблемы в компании «Эконикс-Эксперт» был разработан специализированный тест-комплект СТ-ФОТО «Активный хлор / Озон» на базе фотометра «Эксперт-003», предназначенный для селективного определения активного хлора и озона в воде при их совместном присутствии. Селективность определения дезинфекторов достигается за счет специального алгоритма внесения реагентов в две отобранные пробы воды. Для удобства пользователя на дисплее прибора отображаются необходимые команды и подсказки. Результаты измерений концентрации активного хлора и озона рассчитываются автоматически и отображаются на дисплее прибора.

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Активный хлор / Озон» предназначен для отбора и подготовки пробы воды к анализу на фотометре «Эксперт-003» с целью селективного определения массовой концентрации общего активного хлора и озона при их совместном присутствии в питьевой воде, воде бассейнов и др. типов вод на соответствие требованиям **СанПиН 2.1.4.1074-01, СанПиН 2.1.4.1116-02, СанПиН 2.1.2.1188-03, ГОСТ Р 53491.1-2009** и др. НД.

Диапазон измерений массовой концентрации общего активного хлора 0,1-2,0 мг/дм³, погрешность $\pm 0,05$ мг/дм³ в диапазоне 0,1-1,0 мг/дм³ и $\pm 0,1$ мг/дм³ в диапазоне 1,0-2,0 мг/дм³.

Диапазон измерений массовой концентрации озона 0,1-0,8 мг/дм³, погрешность $\pm 0,05$ мг/дм³.

Тест-комплект «Активный хлор / Озон» включает все необходимые материалы и реактивы для отбора и подготовки пробы воды к фотометрическому анализу на основе реакции с диэтилпарафенилендиамином (**ГСССД МЭ 240-2015, п. 4 ГОСТ 18190-72**).

Расчет значений массовой концентрации общего активного хлора и озона выполняется фотометром «Эксперт-003» автоматически по заводским градуировкам, сохраненным в памяти.

Область применения: лабораторный анализ, экспресс-анализ в полевых условиях.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на способности активного хлора и озона превращать в присутствии йодистого калия растворенный восстановленный бесцветный диэтилпарафенилендиамин в полуокисленную окрашенную форму.

Интенсивность окраски полученного раствора пропорциональна массовой концентрации общего активного хлора (свободного и связанного) и озона.

Селективность определения достигается за счет применения маскирующего реагента – глицина, в присутствии которого в реакцию с диэтилпарафенилендиамином вступает только активный хлор.

Пробу воды разделяют на две пробы, одну из которых обрабатывают глицином. После добавления окрашивающих реагентов проба с глицином окрашивается пропорционально концентрации активного хлора, а проба без глицина – пропорционально суммарному содержанию активного хлора и озона. Содержание озона определяется по разности интенсивности окраски двух проб. При этом учитывается влияние глицина на протекание реакции активного хлора с диэтилпарафенилендиамином, вызывающее некоторое снижение интенсивности окрашивания раствора по сравнению со случаем взаимодействия активного хлора с диэтилпарафенилендиамином в отсутствие глицина.

Все необходимые вычисления фотометр выполняет автоматически. От пользователя требуется только четко следовать алгоритму внесения реагентов, выполняя без запаздывания команды, появляющиеся на дисплее.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотометре «Эксперт-003» с картриджем «525» в кюветах 20 мм относительно дистиллированной воды.

Значения массовой концентрации общего активного хлора и озона рассчитываются автоматически по градуировочным графикам, сохраненным в памяти фотометра.

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Диапазон pH исследуемой воды: 4-8.

Определению мешают нитрит-ионы при их содержании свыше 0,03 мг/см³, вещества-окислители, взвешенные и коллоидные вещества.

4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «АКТИВНЫЙ ХЛОР / ОЗОН»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
Реагент № 1 (P1)	Пластиковая виала с 0,03 г сульфата диэтилпарафенилендиамина, 0,0068 г дигидрофосфата калия, 0,0072 г гидрофосфата натрия (100 шт.)	Пластиковая виала с 0,03 г сульфата диэтилпарафенилендиамина, 0,0068 г дигидрофосфата калия, 0,0072 г гидрофосфата натрия (200 шт.)
Реагент № 2 (P2)	Пластиковая виала с навеской 0,1 г йодистого калия (100 шт.)	Пластиковая виала с навеской 0,1 г йодистого калия (200 шт.)
Реагент № 3 (P3)	Пластиковая виала с навеской 0,1 г глицина (50 шт.)	Пластиковая виала с навеской 0,1 г глицина (100 шт.)

- Шприц 20 см³ для отбора пробы – 1 шт.
- Стакан пластиковый 50 см³ – 2 шт.

5 ОБОРУДОВАНИЕ, НЕОБХОДИМОЕ ДЛЯ РАБОТЫ С ТЕСТ-КОМПЛЕКТОМ «АКТИВНЫЙ ХЛОР / ОЗОН»

- Измерительный преобразователь (ИП) фотометр «Эксперт-003» с программным обеспечением «Хлор-Озон»,
- Фотометрическая ячейка ФЯ-1-К, укомплектованная кабелем для подключения к ИП и кабелем для подключения 2-х магнитных мешалок,
- Оптический элемент (картридж) 525 нм,
- Кювета фотометрическая 20×24 мм – 2 шт.,
- Мешалка магнитная «Ритм-01» – 2 шт.

6 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ

Тест-комплект следует хранить в сухом темном месте.

Вскрывать реагенты непосредственно перед анализом.

Срок годности – 6 месяцев.

7 ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

Соберите установку, показанную на рисунке 1. Подключите соответствующими кабелями фотометрическую ячейку ФЯ-1-К к ИП фотометра и две магнитные мешалки к ФЯ-1-К. Установите картридж 525.

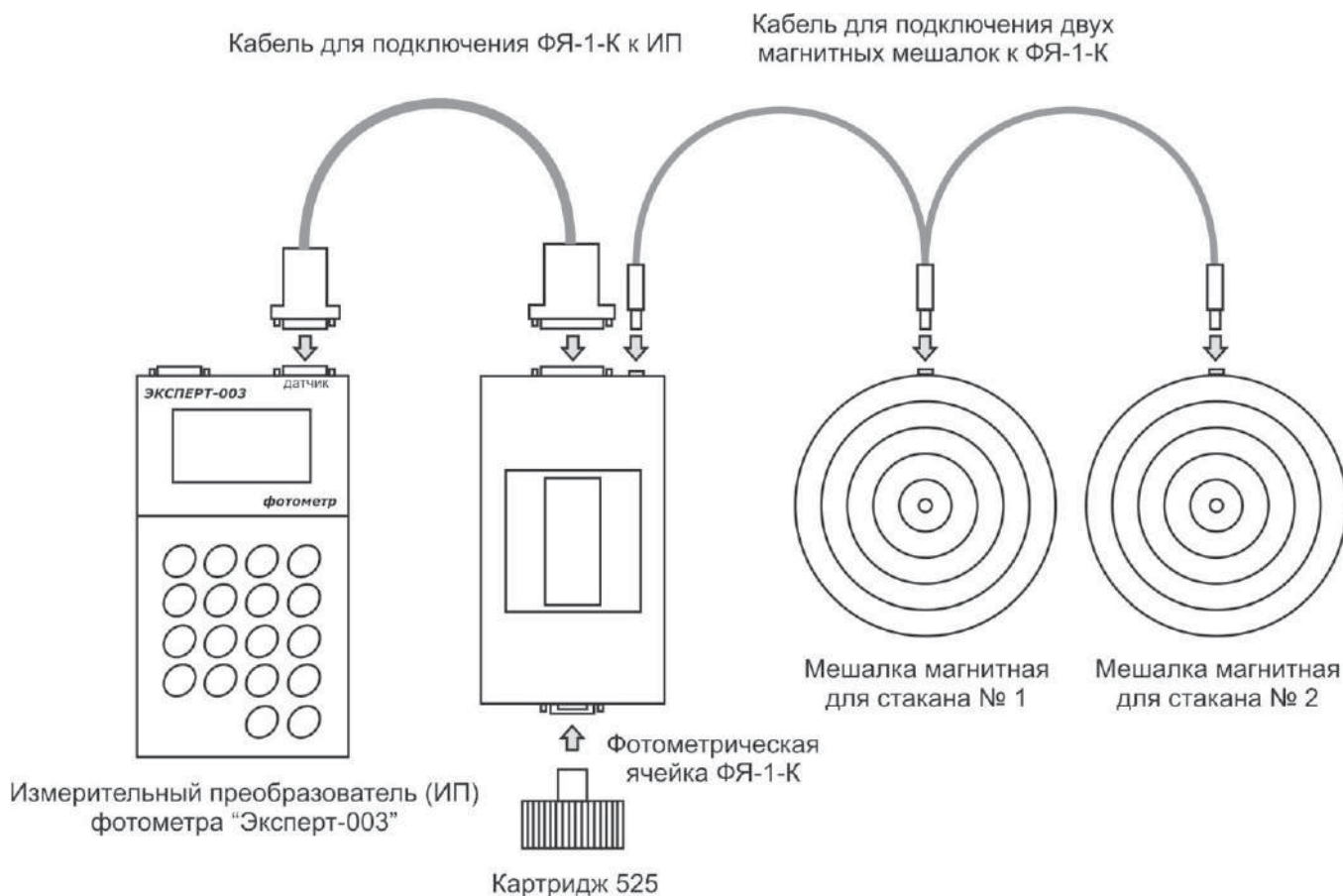
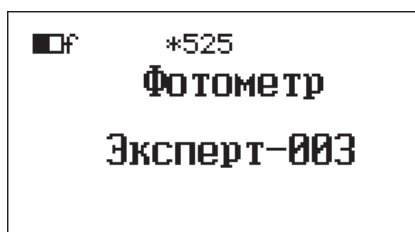


Рисунок 1 – Схема установки

Установите на магнитные мешалки стаканы пластиковые 50 см³ и поместите в них магнитные мешальники.

Включите фотометр нажатием и удержанием 3 секунды кнопки **«ВКЛ»**. После загрузки системы на дисплее отобразится сообщение:



С целью повышения точности измерений рекомендуется оставить фотометр на 15 минут для прогрева.

Нажмите кнопку **«Ф2» («F2»** при использовании модели фотометра «Диалог»). На дисплее отобразится список установленных программ:

- 1. Фосфор
- 2. Пиво
- 3. ХПК
- 5. Хлор-Озон

Нажмите кнопку «5» для запуска программы «Хлор-Озон». На дисплее отобразится стартовое окно программы «Селективное определение акт. хлора и озона в воде»:

```

■F Селективное
определение акт. хлора
и озона в воде
-----
Ф2 - Результат
ВВОД - Старт
  
```

Пользователю доступны две команды: просмотр последнего полученного результата (кнопка «Ф2» или «F2» при использовании модели фотометра «Диалог») и выполнение измерений (кнопка «ВВОД»).

Для своевременного выполнения операций в ходе измерений заранее подготовьте реагенты и кюветы. Расположите рядом с мешалкой со стаканом № 1 (слева) виалы с **реагентами № 1** и **№ 2** (по 1 шт.) и кювету 20×24 мм с дистиллированной водой, а рядом с мешалкой со стаканом № 2 (справа) виалы с **реагентами № 1, № 2, № 3** и пустую кювету 20×24 мм, как показано на рисунке 2.

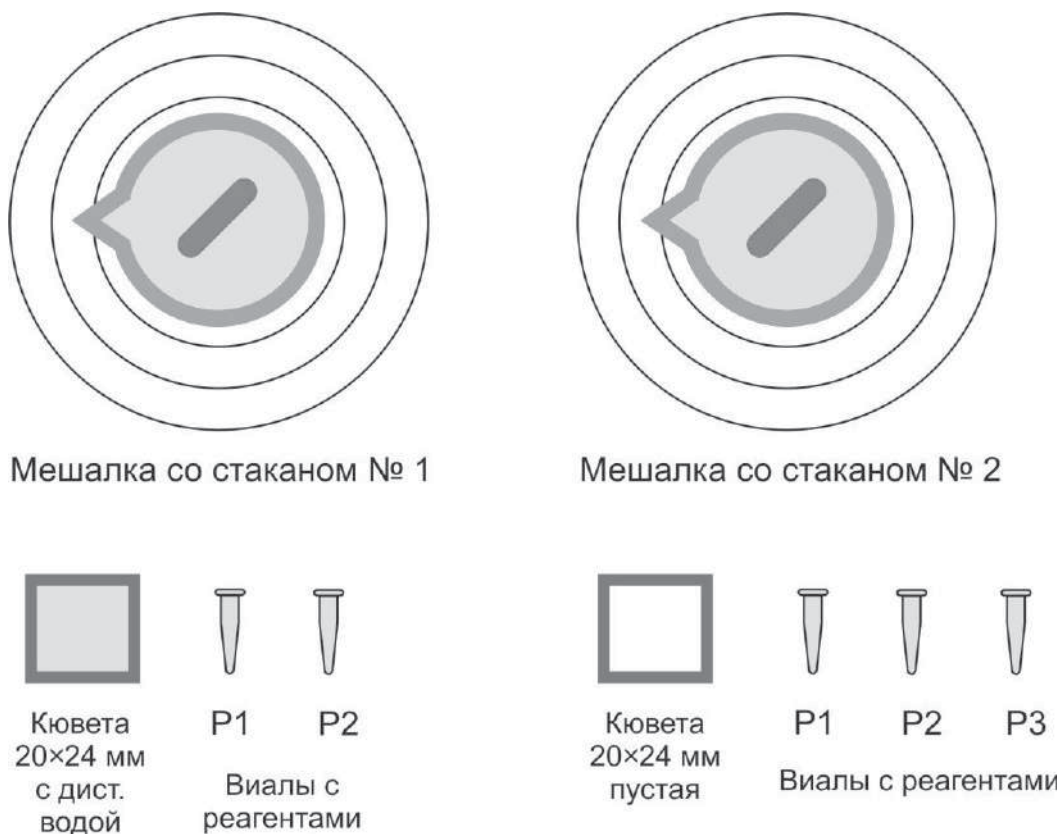
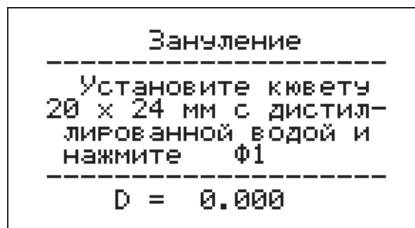


Рисунок 2 – Подготовка реагентов и кювет

8 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Нажмите кнопку **«ВВОД»** (команда **«Старт»**) для перехода к измерениям. На дисплее отобразится сообщение:



ПРИМЕЧАНИЕ При использовании модели фотометра *«Диалог»* сообщение заканчивается фразой *«...и нажмите «НОЛЬ»*.

Установите в кюветное отделение фотометрической ячейки кювету 20×24 мм с дистиллированной водой, придвинув ее к задней стенке, как показано на рисунке 3:

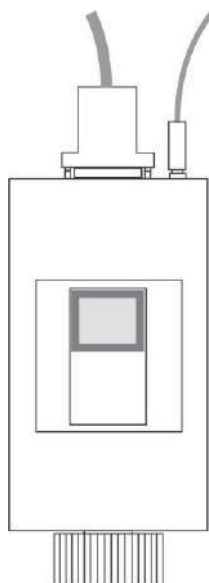
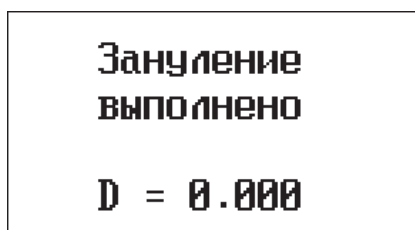


Рисунок 3 – Расположение кюветы в кюветном отделении фотометрической ячейки

Нажмите кнопку **«Ф1»** (или **«НОЛЬ»** при использовании модели фотометра *«Диалог»*) для зануления показаний оптической плотности.

Прибор подаст звуковой сигнал, на дисплее отобразится сообщение:



Извлеките кювету из кюветного отделения, вылейте из нее дистиллированную воду и расположите рядом с мешалкой со стаканом № 1.

Через 5 секунд на дисплее отобразится схематическое изображение двух стаканов:



Надписи «**20 мл**» подсказывают, что система готова к внесению проб анализируемой воды.

Отберите пробы анализируемой воды шприцем или мерным цилиндром и внесите по 20 см³ в оба стакана.

ПРИМЕЧАНИЕ При наличии в воде взвешенных и коллоидных веществ пробу предварительно отфильтровать.

В силу нестабильности озона и активного хлора отбор проб и внесение их в стаканы следует проводить непосредственно перед измерениями и как можно быстрее перейти к измерениям нажатием кнопки «**ВВОД**» (команда «**СТАРТ**»).

Включите магнитные мешалки и установите среднюю скорость вращения якоря поворотом ручки регулировки скорости по часовой стрелке.

ВНИМАНИЕ!

Все дальнейшие операции (внесение реагентов и измерение оптической плотности окрашенных растворов) следует выполнять незамедлительно по звуковому сигналу, руководствуясь подсказками, появляющимися на дисплее. Каждую операцию необходимо выполнять во время подачи звукового сигнала или не позднее 5 секунд после его завершения. В противном случае нет гарантии получения правильных результатов измерений.

Длительность алгоритма ~4,5 минуты. На дисплее будут отображаться показания таймера. Активные действия со стороны пользователя потребуются в начале 1-ой, 2-ой, 4-ой минуты и после истечения 4-х минут.

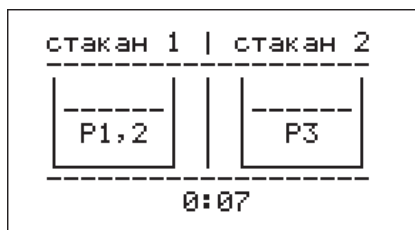
Нажмите кнопку «**ВВОД**» (команда «**Старт**»).

На дисплее появятся подсказки: мигающие надписи «**P1, P2**» над первым стаканом и «**P3**» над вторым. Запустится таймер. В течении 5 секунд будет подаваться звуковой сигнал.

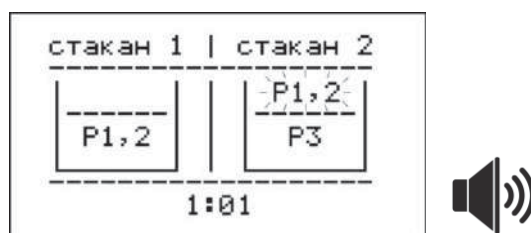


Незамедлительно внесите реагенты в следующей последовательности: **Реагент № 3 (P3)** в **стакан № 2**, **реагент № 1 (P1)** и **реагент № 2 (P2)** в **стакан № 1**.

Через 5 секунд прекратится подача звукового сигнала. Изображение на дисплее примет вид:



При достижении времени 1:00 с запуска таймера появится подсказка: мигающая надпись «**P1, P2**» над вторым стаканом. В течении 5 секунд будет подаваться звуковой сигнал.



Незамедлительно внесите **реагент № 1 (P1)** и **реагент № 2 (P2)** в **стакан № 2**.

Через 5 секунд прекратится подача звукового сигнала. Изображение на дисплее примет вид:



При достижении времени 3:00 с запуска таймера вместо изображения **стакана № 1** появится подсказка: мигающая надпись «**Измерение D1=0.000**». В течении 5 секунд будет подаваться звуковой сигнал.

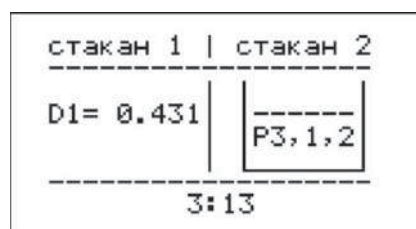


Перелейте раствор из **стакана № 1** в кювету 20×24 мм и установите ее в кюветном отделении, придвинув к задней стенке, как показано на рисунке 3. Измерение будет выполнено автоматически.

Через 5 секунд прекратится подача звукового сигнала. Появится мигающая надпись «**сохранить - ВВОД**». Вместо «**0.000**» будет отображаться измеренное значение оптической плотности D1 раствора из **стакана № 1** (например, «0.431»):



Нажмите кнопку **«ВВОД»** для сохранения измеренного значения оптической плотности D1 раствора из **стакана № 1**. Изображение на дисплее примет вид:



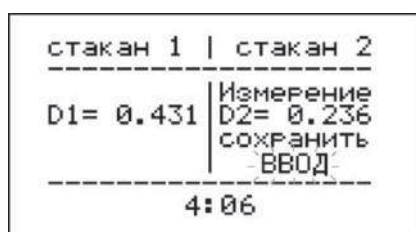
Извлеките кювету из кюветного отделения, вылейте раствор и промойте дистиллированной водой.

При достижении времени 4:00 с запуска таймера вместо изображения **стакана № 2** появится подсказка: мигающая надпись **«Измерение D2=0.000»**. В течении 5 секунд будет подаваться звуковой сигнал.



Перелейте раствор из **стакана № 2** в кювету 20×24 мм и установите ее в кюветном отделении, придвинув к задней стенке, как показано на рисунке 3. Измерение будет выполнено автоматически.

Через 5 секунд прекратится подача звукового сигнала. Появится мигающая надпись **«сохранить - ВВОД»**. Вместо **«0.000»** будет отображаться измеренное значение оптической плотности D2 раствора из **стакана № 2** (например, «0.236»):



Нажмите кнопку **«ВВОД»** для сохранения измеренного значения оптической плотности D2 раствора из **стакана № 2**. Изображение на дисплее примет вид:

```
-----
стакан 1 | стакан 2
-----
D1= 0.431 | D2= 0.236
-----
Результат - ВВОД
-----
```

Извлеките кювету из кюветного отделения, вылейте раствор и промойте дистиллированной водой.

Нажмите кнопку **«ВВОД»** для расчета и вывода на дисплей результатов измерений массовой концентрации активного хлора и озона.

```
-----
Результат
-----
акт.хлор:  0.46 мг/л
озон:      0.35 мг/л
-----
Закончить - ВВОД
-----
```

Зафиксируйте результаты измерений и нажмите кнопку **«ВВОД»** для выхода в стартовое окно программы **«Селективное определение акт. хлора и озона в воде»**:

```
-----
☐F Селективное
определение акт.хлора
и озона в воде
-----
F2 - Результат
ВВОД - Старт
-----
```

ПРИМЕЧАНИЯ

- Если полученные значения массовой концентрации активного хлора и (или) озона превысят верхние границы диапазонов измерений (2 мг/л для активного хлора и 0,8 мг/л для озона), разбавьте пробу дистиллированной водой и повторите измерения по п. 8. Полученные результаты должны находиться в пределах 0,1-2,0 мг/л для активного хлора и 0,1-0,8 мг/л для озона. Для расчета конечных результатов умножьте полученные значения массовой концентрации активного хлора и озона на коэффициент разбавления.
- Если полученные значения массовой концентрации активного хлора и (или) озона окажутся ниже нижних границ диапазонов измерений (0,1 мг/л), при выводе результатов на дисплее будет отображаться надпись «< 0.1 мг/л»:

```
-----
Результат
-----
акт.хлор < 0.1 мг/л
озон:      0.74 мг/л
-----
Закончить - ВВОД
-----
```

Для просмотра последнего полученного результата, сохраненного в памяти фотометра, нажмите кнопку **«F2»** («F2» при использовании модели фотометра «Диалог»):

Результат	
акт.хлор	< 0.1 мг/л
озон	< 0.1 мг/л
Выход - ОТМ	

Для выхода в стартовое окно нажмите кнопку **«ОТМ»**.

После завершения работы выключите фотометр нажатием кнопки **«ОТКЛ»**, тщательно промойте кюветы, ополосните дистиллированной водой и высушите.