

Код ОКПД2 20.13.32.110

Код ОКПД2 20.20.14.000



УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер
ОАО «Химпром»

И.Л. Жданов

29.12. 2017

КАЛЬЦИЯ ГИПОХЛОРИТ

Технические условия

ТУ 20.13.32-557-05763441-2017

Дата введения 2017-12-22

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ООО «Озерновский
горно-металлургический
комбинат»
письмо № 382-ПК А.А. Рештаненко
от 14.12.2017

Директор по производству
В.И. Курманов
2017

Директор НИЦ – советник
генерального директора
Ю.Т. Ефимов
2017

Главный метролог
А.Р. Ваганов
2017

Начальник отдела качества
Я.В. Ляпина
2017

Настоящие технические условия распространяются на кальция гипохлорит, применяемый в качестве окислителя в различных химических процессах, в том числе для обезвреживания цианид-содержащих сточных вод в золотодобывающей промышленности и отходящих газов.

Кальция гипохлорит марки Б используют также при обеззараживании хозяйственно-питьевой воды и воды плавательных бассейнов, скотомогильников, выгребных ям и септиков, почвы и асфальта, помещений, в которых долгое время находились больные холерой или туберкулезом, помещений общего пользования (больницы, школы, детские сады, лагерь, базы отдыха и пансионаты), уборных общего пользования, жилых индивидуальных помещений, предметов быта (кроме металлических предметов, которые могут подвергнуться коррозии), посуды (после обработки на посуде остается белый налет, в связи с чем после дезинфекции ее необходимо тщательно вымыть).

Пример записи продукта в других документах и (или) при заказе: «Кальция гипохлорит, марка А, ТУ 20.13.32-557-05763441-2017».

Перечень ссылочных нормативных документов приведен в приложении А.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1 Технические требования

1.1 Кальция гипохлорит должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2 По физико-химическим показателям кальция гипохлорит должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма для марок			Метод анализа
	А	Б	С	
1 Внешний вид	Гранулированный продукт белого цвета или слабоокрашенный			По 5.2
2 Массовая доля активного хлора, %, не менее	70	65	55	По 5.3
3 Массовая доля воды, %	6 ± 2	6 ± 2	не более 10	По 5.4
4 Массовая доля нерастворимого остатка, %, не более	10	10	12	По 5.6
5 Коэффициент термостабильности, не менее	0,9	0,9	0,8	По 5.5
Примечание - Допускается ежегодное снижение массовой доли активного хлора до 8 % относительных.				

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.3 Маркировка

1.3.1 Транспортная маркировка – по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Герметичная упаковка», «Бережь от солнечных лучей», «Пределы температуры» (не выше 35 °С) и предупредительной надписи «Не бросать».

На контейнерах для морской перевозки должен быть нанесен знак загрязнителя морской среды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.2 Дополнительные данные, характеризующие продукт:

- наименование страны-изготовителя;
- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак, юридический адрес;
- наименование продукта, марка;
- обозначение настоящих технических условий;
- номер партии и места;
- масса нетто и брутто;
- дата изготовления;
- гарантийный срок хранения.

1.3.3 Способ нанесения транспортной маркировки – по ГОСТ 14192.

1.3.4 Маркировка, характеризующая транспортную опасность продукта (номер ООН 3485, транспортное наименование: «Кальция гипохлорит сухой коррозионный»), класс 5.1, знаки опасности 5.1, 8) в упакованном виде, должна соответствовать правилам перевозок опасных грузов, действующим на соответствующих видах транспорта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.5 Предупредительная маркировка – по ГОСТ 31340, символы опасности «Пламя над окружностью», «Жидкости, выливающиеся из двух пробок и поражающие руку и металл», «Восклицательный знак», «Сухое дерево и мертвая рыба», сигнальное слово «Опасно».

1.3.5.1 Краткая характеристика опасности:

- H272: Окислитель; может усилить возгорание.
- H290: Может вызывать коррозию металлов.
- H302: Вредно при проглатывании.
- H314: При попадании на кожу и в глаза вызывает химические ожоги.
- H335: Может вызывать раздражение верхних дыхательных путей.
- H400: Чрезвычайно токсично для водных организмов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.5.2 Меры по безопасному обращению (предотвращение):

- P210: Бережь от источников воспламенения, нагревания, искр, открытого огня. Не курить.
- P220: Держать отдельно от одежды, горючих материалов.
- P221: Не допускать смешения с горючими материалами, жидкими маслообразными органическими веществами.
- P280: Использовать перчатки, спецодежду, средства защиты глаз, лица.

- P264: После работы тщательно вымыть руки.
- P270: При использовании продукции не курить, не пить, не принимать пищу.
- P260: Не вдыхать пыль.
- P271: Использовать только на открытом воздухе или в хорошо вентилируемом помещении.
- P273: Избегать попадания в окружающую среду.
- P234: Хранить только в упаковке завода-изготовителя.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.5.3 Меры по ликвидации ЧС (реагирование):

- P301+P330+P331: ПРИ ПРОГЛАТЫВАНИИ: Прополоскать рот. Не вызывать рвоту!
 - P303+P361+P353: ПРИ ПОПАДАНИИ НА КОЖУ (или волосы): Немедленно снять всю загрязненную одежду, кожу промыть водой или под душем.
 - P363: Перед повторным использованием выстирать загрязненную одежду.
 - P304+P340: ПРИ ВДЫХАНИИ: Свежий воздух, покой.
 - P305+P351+P338: ПРИ ПОПАДАНИИ В ГЛАЗА: Осторожно промыть глаза водой в течение нескольких минут. Снять контактные линзы, если Вы ими пользуетесь и если это легко сделать. Продолжить промывание глаз.
 - P310: Немедленно обратиться за медицинской помощью.
 - P391: Ликвидировать просыпания.
- 1.3.5.4 Условия безопасного хранения:
- P405: Хранить в недоступном для посторонних месте.
 - P406: Хранить в защищенной от коррозии упаковке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3.5.5 Более полная информация по безопасному обращению продукции находится в паспорте безопасности.

1.4 Упаковка

1.4.1 Кальция гипохлорит упаковывают в стальные оцинкованные барабаны типа I или III, исполнения B₁, вместимостью 50-100 дм³ по ГОСТ 5044, барабаны стальные тонкостенные по ТУ 1415-007-44946156, бочки стальные закатные типа 1A2 вместимостью 50-60 дм³ по ТУ 1415-005-47870754, бочки полиэтиленовые вместимостью 48-65 дм³ по ТУ 2297-001-54011141.

Барабаны и бочки стальные должны быть снабжены мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки толщиной 0,07-0,10 мм по ГОСТ 10354.

По согласованию с потребителем, расходующим гипохлорит кальция в течение 1 года, разрешается упаковывать продукт в стальные барабаны по ГОСТ 5044 из углеродистой стали исполнений B₁, B₁, B₂, B₄, снабженные мешками-вкладышами из полиэтиленовой пленки толщиной 0,07-0,10 мм по ГОСТ 10354 или в стальные оцинкованные барабаны указанных исполнений типа II.

По согласованию с потребителем допускается упаковка продукта в другую тару, обеспечивающую качество, сохранность и безопасность продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4.2 Упаковка должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

1.4.3 Пределы допускаемых отрицательных отклонений содержимого нетто от номинального количества продукта в упаковках должны соответствовать ГОСТ 8.579.

2 Требования безопасности

2.1 Кальция гипохлорит не горюч, однако, как сильный окислитель при контакте с жидкими маслообразными органическими веществами и пылевидными органическими продуктами может вызвать их возгорание.

70 %-ный водный раствор гипохлорита кальция бурно реагирует (со взрывом) с этиленгликолем, гексиленгликолем, глицерином, этиловым эфиром этиленгликоля, триэтаноломином, анилином.

2.2 Кальция гипохлорит – продукт с резким запахом хлора, относится ко 2 классу опасности согласно ГОСТ 12.1.007. ПДК хлора в воздухе рабочей зоны 1 мг/м³ (ГН 2.2.5.3532-18, № 2225).

LD₅₀ при введении в желудок 850 мг/кг (крысы).

Продукт обладает сенсibiliзирующим и мутагенным свойствами, репротоксическое, тератогенное, канцерогенное, кожно-резорбтивное действия не установлены.

LD₅₀ при нанесении на кожу > 2000 мг/кг (кролики).

CL₅₀ 1700 мг/м³ (крысы), время экспозиции 1 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3 Пыль кальция гипохлорита и выделяющийся из продукта газообразный хлор оказывают раздражающее действие на слизистые оболочки дыхательных путей и глаз, а также на кожные покровы.

2.4 В помещениях при производстве и применении кальция гипохлорита должно быть обеспечено проведение лабораторного контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны согласно ГОСТ 12.1.005 в сроки, согласованные с органами государственного санитарного надзора.

2.5 Все работы, связанные с изготовлением и применением продукта, должны проводиться в местах, снабженных местной и общей приточно-вытяжной вентиляцией. Технологический процесс должен быть механизирован, оборудование герметизировано (СП 2.2.2.1327-03).

2.6 Лица, связанные с изготовлением, отбором проб и применением продукта, должны быть обеспечены индивидуальными средствами защиты по ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ 12.4.103 в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке.

2.7 Первая помощь при отравлении: свежий воздух, покой, тепло, чистая одежда. При попадании на кожные покровы – кожу обильно промыть проточной водой. При попадании в глаза – немедленно промыть струей воды при широко раскрытой глазной щели и последующей госпитализацией в оф-

тальмологическое отделение. При ожоге – асептическая повязка. Соблюдать меры личной гигиены.

2.8 Просыпания собрать и отправить для утилизации с соблюдением мер пожарной безопасности. Место россыпи изолировать песком, промыть большим количеством воды, обработать 30 % раствором пероксида водорода.

2.9 Работающие с продуктом должны проходить предварительные при поступлении на работу и периодические медицинские осмотры в соответствии с законодательством Российской Федерации.

2.10 Организацию и проведение производственного контроля за соблюдением санитарных правил и выполнением санитарно-противоэпидемических (профилактических) мероприятий осуществляют в соответствии с СП 1.1.1058-01.

3 Требования охраны окружающей среды

3.1 Защита окружающей среды должна быть обеспечена герметизацией технологического оборудования, устройством вытяжной вентиляционной системы, очистными сооружениями в местах возможных выделений вредных веществ.

3.2 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений выбросами вредных веществ осуществляют постоянный контроль за соблюдением предельно-допустимых выбросов, утвержденных в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02.

В атмосферном воздухе населенных мест ОБУВ кальция гипохлорита 0,1 мг/м³ (ГН 2.1.6.2309-07, № 682).

4 Правила приемки

4.1 Кальций гипохлорит принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, однородного по своим качественным показателям и сопровождаемого одним документом о качестве.

4.2 Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- наименование продукта, марку;
- обозначение настоящих технических условий;
- номер партии, количество мест в партии;
- массу брутто и нетто;
- дату изготовления;
- гарантийный срок хранения;
- результаты проведенных анализов и (или) подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящих технических условий;
- надписи: «Опасно», «Едкое вещество».

4.3 Для проверки качества продукта, упаковки и маркировки на соответствие требованиям настоящих технических условий отбирают выборку из разных мест партии. Объем выборки составляет 10 % упаковочных единиц,

но не менее трех упаковочных единиц. Если число мест менее трех, то контролю подвергают каждую единицу упаковки.

При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ по данному показателю на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

5 Методы анализа

5.1 Отбор проб

5.1.1 Упаковочные единицы, отобранные в выборку для контроля качества, перед вскрытием должны быть тщательно очищены снаружи от загрязнений.

5.1.2 От упаковочных единиц, отобранных для контроля, отбирают точечные пробы из любых точек массы продукта по всей толщине слоя при помощи щупа (ГОСТ 6732.2, чертеж 1), изготовленного из нержавеющей стали или материалов, устойчивых к продукту. Отбирают не менее двух точечных проб, погружая пробоотборник по вертикальной оси или диагонали.

Во избежание увлажнения отбор и приготовление проб проводят в крытом помещении.

Точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают (растирание не допускается) и получают объединенную пробу. Из объединенной пробы методом квартования получают среднюю пробу массой не менее 400 г. Среднюю пробу делят пополам и помещают в чистые, сухие, герметично закрывающиеся склянки из оранжевого стекла или бесцветного стекла со светозащитным покрытием. На склянки наклеивают этикетки с указанием:

- предприятия-изготовителя;
- наименования продукта, марки, обозначение настоящих технических условий;
- номера партии;
- даты отбора;
- фамилии лица, отобравшего пробу;
- надписи «Берегись ожога».

Одну склянку передают в лабораторию на анализ, другую оставляют и хранят в качестве арбитражной пробы согласно графика:

Период хранения арбитражной пробы	Количество проб
В 1-й год	Каждая партия
Во 2-й год	Одна представительная проба за квартал
В 3-й год	Одна представительная проба за полугодие
В 4-й год и далее в течение гарантийного срока хранения со дня изготовления	Одна представительная проба за год

Представительная проба готовится следующим образом:

По окончании первого квартала второго года хранения квартальные арбитражные пробы усредняются путем смешения. Масса представительной

пробы не менее 400 г. На склянку с представительной пробой наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, марки, номеров партий, фамилии лица, оформившего представительную пробу.

Представительные пробы за полугодие и год готовятся аналогично квартальной.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2а Общие указания

5.2а.1 Общие указания по проведению испытаний – по ГОСТ 27025.

5.2а.2 Условия выполнения измерений

Процедуры приготовления растворов и подготовки проб проводят при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С.

Работы на лабораторном оборудовании проводят в условиях, рекомендованных технической документацией на него.

5.2а.3 Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, обеспечивающими точность и чувствительность, предусмотренную техническими условиями, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящих технических условиях.

5.2.а (Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.2 Определение внешнего вида

Внешний вид кальция гипохлорита определяют визуально.

5.3 Определение массовой доли активного хлора

Метод измерения – окислительно - восстановительное титрование (йодометрия), основан на выделении свободного йода из йодистого калия, при взаимодействии последнего с хлором. Выделившийся йод титруют раствором натрия серноватистокислового с визуальной индикацией точки эквивалентности по индикатору крахмалу:



5.3.1 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений массовой доли активного хлора с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, массовая доля, %	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность методики при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta$, %
От 50,0 до 75,0 включ	0,14	0,26	0,5

Значения метрологических характеристик методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики (метода) измерений в конкретной лаборатории.

5.3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия, ГОСТ Р 53228, высокий класс точности, наибольший предел взвешивания 200 г.

Набор (1-100) г F₁, ГОСТ OIML R 111-1.

Секундомер механический, ТУ 25-1894.003.

Бюретка 1-3-2-50-0,1, ГОСТ 29251.

Цилиндры 1-5(50)-2, ГОСТ 1770.

Колба 1-500-2, ГОСТ 1770.

Колба Кн 1-500-29/32 ТС, ГОСТ 25336.

Пипетка 2-2-50, ГОСТ 29169.

Стаканчик СВ-24/10, ГОСТ 25336.

Ступка 3, ГОСТ 9147.

Пестик 3, ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204.

Крахмал растворимый, индикатор, ТУ 2638-025-00334735.

Калий йодистый, х.ч., ГОСТ 4232.

Натрий серноватистокислый 5-водный, ч.д.а., ГОСТ 27068.

5.3.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.3.1 Приготовление раствора натрия серноватистокислового молярной концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³

Приготовление раствора натрия серноватистокислового молярной концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ и установление коэффициента поправки проводят по ГОСТ 25794.2.

5.3.3.2 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³

Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ проводят по ГОСТ 25794.1.

5.3.3.3 Приготовление водного раствора крахмала с массовой долей 1 %

Приготовление водного раствора крахмала с массовой долей 1 % проводят по ГОСТ 4517.

5.3.3.4 Приготовление водного раствора калия иодида с массовой долей 10 %

Приготовление водного раствора калия иодида с массовой долей 10 % проводят по ГОСТ 4517.

5.3.4 Выполнение измерений

Стаканчик с анализируемой пробой массой от 1,5000 до 3,0000 г взвешивают, пробу помещают в фарфоровую ступку и вновь взвешивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. При помощи цилиндра вместимостью 50 см³ добавляют дистиллированную воду в объеме 30 см³ и растирают пестиком до образования однородной массы. После отстаивания водный слой декантируют в мерную колбу вместимостью 500 см³.

К остатку в ступке при помощи цилиндра вместимостью 50 см³ добавляют дистиллированную воду в объеме 20 см³ и растирают пестиком опять до образования однородной массы. Затем всю массу количественно переносят в ту же колбу. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают (раствор А).

Не давая осесть осадку, при помощи пипетки вместимостью 50 см³ вносят в коническую колбу вместимостью 500 см³ раствор А в объеме 50 см³. Затем при помощи цилиндра вместимостью 50 см³ добавляют раствор калия иодида, приготовленный по 5.3.3.4, в объеме 10 см³, при помощи пипетки вместимостью 50 см³ раствор серной кислоты молярной концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ в объеме 50 см³, перемешивают. Колбу закрывают пробкой и помещают в темное место.

Через 5 мин выделившийся йод титруют раствором натрия серноватистокислого молярной концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ до появления соломенно-желтого окрашивания раствора. Затем добавляют при помощи цилиндра вместимостью 5 см³ раствор крахмала в объеме 1 см³ и продолжают титровать при перемешивании до перехода синей окраски раствора в бесцветную.

Одновременно проводят холостое титрование.

5.3.5 Обработка (вычисление) результатов измерений

Массовую долю активного хлора X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,0003545 \cdot K \cdot (V - V_x) \cdot V_K \cdot 100}{m \cdot V_A}, \quad (1)$$

где 0,0003545 – масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора натрия серноватистокислого молярной концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, г;

K – коэффициент поправки раствора натрия серноватистокислого;

V – объем раствора натрия серноватистокислого молярной концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, пошедший на титрование анализируемой пробы, см³;

V_x – объем раствора натрия серноватистокислого молярной концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³, пошедший на холостое титрование, см³;

- V_K – вместимость мерной колбы, см³;
 100 – коэффициент пересчета массовой доли из доли единицы в процент, %.
 m – масса навески анализируемой пробы, г;
 V_A – объем раствора А, взятый для анализа, см³.

За результат измерений массовой доли активного хлора принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений \bar{X} , расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r .

При превышении предела повторяемости необходимо получить еще два результата параллельных определений. Если расхождение наибольшего и наименьшего из четырех результатов параллельных определений не превышает значение критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение четырех результатов параллельных определений.

Значения пределов повторяемости и критического диапазона приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и критического диапазона при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, массовая доля, %	Предел повторяемости (для результатов двух параллельных определений), %	Критический диапазон (для результатов четырех параллельных определений) $CR_{0,95}(4)$, %
От 50,0 до 75,0 включ.	0,40	0,5

Если расхождение наибольшего и наименьшего из четырех результатов параллельных определений превышает значение критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то выясняют причины появления неприемлемых результатов.

5.3.6 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, \%, \text{ при } P = 0,95,$$

где \bar{X} – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики;

Значение Δ приведено в таблице 2.

Допустимо представление результата в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_n, \%, \text{ при } P = 0,95, \text{ при условии } \Delta_n < \Delta,$$

где Δ_n – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание - При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ расчета результата измерений (среднее арифметическое значение результатов параллельных определений).

5.3.7 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать предел воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 4.

Таблица 4 – Диапазон измерений, значение предела воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, массовая доля, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R , %
От 50,0 до 75,0 включ.	0,7

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и МИ 2881.

5.3.8 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

5.3 (Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.4 Определение массовой доли воды

Метод измерений заключается в отгонке воды из смеси кальция гипохлорита с толуолом, образующим азеотропную смесь с водой.

5.4.1 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений массовой доли воды с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, массовая доля, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы, в которых находится относительная погрешность методики при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 4,0 до 10,0 включ.	3,5	4,0	7

Значения метрологических характеристик методики используют при:
- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики (метода) измерений в конкретной лаборатории.

5.4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия, ГОСТ Р 53228, средний класс точности, наибольший предел взвешивания 500 г.

Аппарат АКОВ-10 (чертеж 1).

Холодильник ХПТ-1-300-14/32 ХС, ГОСТ 25336.

Колба К- 1-500-29/32 ТХС, ГОСТ 25336.

Приемник - ловушка для аппарата АКОВ (чертеж 2).

Цилиндр 1-100-2, ГОСТ 1770.

Стакан Н-1-50 ТХС. ГОСТ 25336.

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789.

Колбонагреватель ES-4100, версия 1.5.

Секундомер механический, ТУ 25-1894.003.

Стеклянная палочка.

Кипелки (неглазурованный фарфор или прокаленная пемза)

5.4.3 Выполнение измерений

В колбу аппарата АКОВ-10 (чертеж 1) при помощи стакана вместимостью 50 см³ помещают навеску анализируемой пробы массой (30,00 ± 0,01) г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака. При помощи цилиндра вместимостью 100 см³ вносят толуол в объеме 100 см³. Содержимое колбы тщательно перемешивают и вносят для равномерного кипения кусочки неглазурованного фарфора или прокаленной пемзы. Колбу соединяют с аппаратом АКОВ-10, помещают в колбонагреватель и нагревают жидкость до кипения.

Кипячение ведут так, чтобы конденсирующийся толуол не скапливался в холодильнике, стекал навстречу поднимающимся парам жидкости со скоростью от двух до четырех капель в секунду. Кипячение прекращают, когда объем воды в приемнике-ловушке (чертеж 2) перестанет увеличиваться и верхний слой толуола в приемнике-ловушке станет прозрачным. Вся отогнанная вода должна собраться в нижней части приемника-ловушки. Капли воды, осевшие на стенках приемника-ловушки, осторожно сталкивают стеклянной палочкой. После охлаждения жидкости в приемнике-ловушке до комнатной температуры отмечают объем отогнанной воды (V₁).

5.4.4 Обработка (вычисление) результатов измерений

Массовую долю воды X₁, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot \rho \cdot 100}{m_1}, \quad (2)$$

где V₁ – объем воды в приемнике-ловушке, см³;
ρ – плотность воды, г/см³;

100 – коэффициент пересчета массовой доли из доли единицы в процент, %;

m_1 – масса навески анализируемой пробы, взятой на анализ, г;

За результат измерения массовой доли воды принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений \bar{X}_1 , расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r .

При превышении предела повторяемости, необходимо получить еще один результат параллельных определений. Если расхождение наибольшего и наименьшего из трех результатов параллельных определений не превышает значение критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений.

Значения предела повторяемости и критического диапазона приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости и критического диапазона при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, массовая доля, %	Предел повторяемости (для результатов двух параллельных определений) r , %	Критический диапазон (для результатов трех параллельных определений) $CR_{0,95}(3)$, %
От 4,0 до 10,0 включ.	9	11

Если расхождение наибольшего и наименьшего из трех результатов параллельных определений превышает значение критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то выясняют причины появления неприемлемых результатов.

5.4.5 Оформление результатов измерений

Результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде:

$$\bar{X}_1 \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}_1, \text{ при } P = 0,95,$$

где \bar{X}_1 – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики, %.

Значение δ приведено в таблице 5, %.

Допустимо представление результата в виде:

$$\bar{X}_1 \pm 0,01 \cdot \delta_{\text{л}} \cdot \bar{X}_1, \text{ при } P = 0,95, \text{ при условии } \delta_{\text{л}} \leq \delta,$$

где $\delta_{\text{л}}$ - значение характеристики погрешности результатов измерений,

установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, %.

Примечание - При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;

- способ расчета результата измерений (среднее арифметическое значение результатов параллельных определений).

5.4.6 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать предел воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 7.

Таблица 7 – Диапазон измерений, значение предела воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

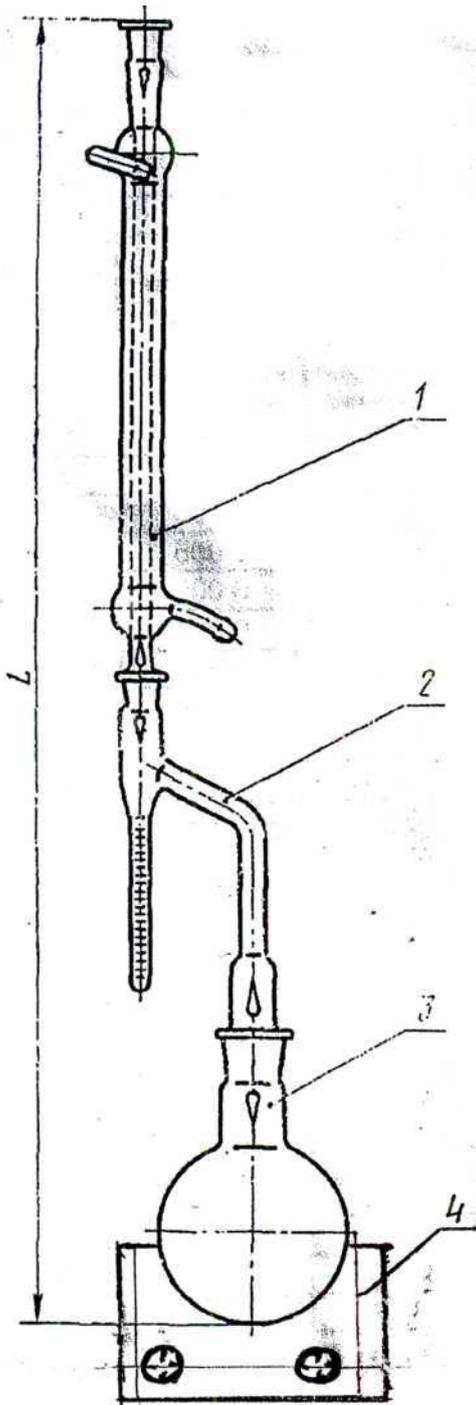
Диапазон измерений, массовая доля, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, %
От 4,0 до 10,0 включ.	10

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и МИ 2881.

5.4.7 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

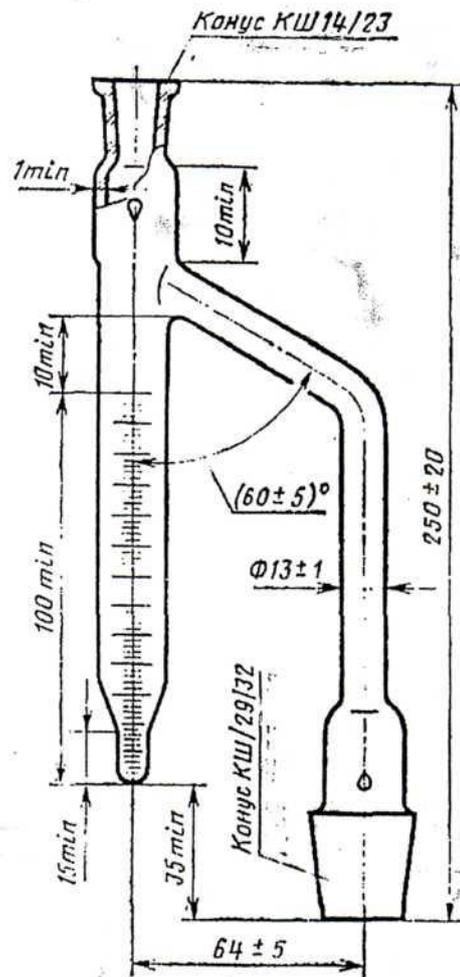
Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

5.4 (Введен дополнительно, Изм. № 1).



Чертеж 1 Аппарат АКОВ

- 1- холодильник
- 2- приемник-ловушка
- 3- колба
- 4- колба нагреватель



Чертеж 2 Приемник-ловушка

5.5 Определение коэффициента термостабильности

Метод определения основан на измерении массовой доли активного хлора до и после нагревания кальция гипохлорита в кипящей водяной бане.

5.5.1 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений коэффициента термостабильности с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 8.

Таблица 8 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, коэффициент термостабильности	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_T	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность методики при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \Delta$
От 0,600 до 0,950 включ.	0,020	0,021	0,040

Значения метрологических характеристик методики используют при:

- оформлению результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики (метода) измерений в конкретной лаборатории.

5.5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия, ГОСТ Р 53228, средний класс точности, наибольший предел взвешивания 500 г.

Пробирка П1-25-200 ТС, ГОСТ 25336.

Трубка стеклянная длиной 380 мм и внутренним диаметром 6 мм.

Пробка 24, ТУ 38 105 1835-88, с отверстием для стеклянной трубки.

Баня водяная.

Штатив лабораторный химический.

Лапка лабораторная прижимная.

Электрическая плитка «Нева-110» ЭПТ 1-1,0/220, ГОСТ 14919.

5.5.3 Выполнение измерений

В пробирку помещают навеску анализируемой пробы массой от 14,00 до 16,00 г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака, закрывают пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой. Конец трубки должен находиться на расстоянии от 5 до 10 мм поверхности анализируемой пробы.

Пробирку с анализируемой пробой помещают в кипящую водяную баню так, чтобы анализируемая проба была погружена в воду и выдерживают в течение 2 час. После этого пробирку вынимают из бани, закрывают пробкой и охлаждают до комнатной температуры.

Содержимое пробирки перемешивают и измеряют массовую долю активного хлора после нагревания по 5.3.

5.5.4 Обработка (вычисление) результатов измерений

Коэффициент термостабильности K_1 , вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{X_n}{X_2}, \quad (3)$$

где X_n – массовая доля активного хлора в анализируемой пробе после нагревания, %;

X_2 – массовая доля активного хлора в анализируемой пробе до нагревания, %.

За результат определения коэффициента термостабильности принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений \bar{K}_1 , расхождение между которыми не превышает предел повторяемости r .

При превышении предела повторяемости, необходимо получить еще два результата параллельных определений. Если расхождение наибольшего и наименьшего из четырех результатов параллельных определений не превышает значение критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение четырех результатов параллельных определений.

Значения предела повторяемости и критического диапазона для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 9.

Таблица 9 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости и критического диапазона при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, коэффициент термостабильности	Предел повторяемости (для результатов двух параллельных определений) r	Критический диапазон (для результатов четырех параллельных определений) $CR_{0,95}(4)$
От 0,600 до 0,950 включ.	0,06	0,07

Если расхождение наибольшего и наименьшего из четырех результатов параллельных определений превышает значение критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений.

5.5.5 Оформление результатов измерений

Результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде:

$$K_1 \pm \Delta, \%, \text{ при } P = 0,95,$$

Значение Δ приведено в таблице 8.

Примечание - При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ расчета результата измерений (среднее арифметическое значение результатов параллельных определений).

5.5.6 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости, не должно превышать предел воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 10.

Таблица 10 – Диапазон измерений, значение предела воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, коэффициент термостабильности	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
От 0,600 до 0,950 включ	0,06

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и МИ 2881.

5.5.7 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

5.5 (Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.6 Определение массовой доли нерастворимого остатка

Определение массовой доли нерастворимого остатка проводят по ГОСТ 25263 со следующим дополнением:

По окончании испытаний тигель типа ТФ ПОР 40 или воронку ВФ-1-40 ПОР 40 промывают дистиллированной водой, затем раствором соляной кислоты молярной концентрации эквивалента $c(\text{HCL}) = 0,1$ моль/дм³, приготовленным по ГОСТ 25794.1. После промывают снова дистиллированной водой до получения нейтральной реакции промывной воды по универсальной индикаторной бумаге. После промывки тигель (воронку) сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С.

5.6 (Введен дополнительно, Изм. № 2).

6 Транспортирование и хранение

6.1 Кальция гипохлорит транспортируют всеми видами транспорта, кроме воздушного, в соответствии с правилами перевозок опасных грузов, действующими на данном виде транспорта.

Грузовые транспортные средства должны быть защищены от прямого солнечного света и всех источников тепла. Упаковки в грузовых транспортных единицах должны размещаться в хорошо проветриваемых помещениях. Транспортировать только при контроле температуры: не выше 35 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2 Кальция гипохлорит транспортируют железнодорожным транспортом в крытых вагонах повагонными или контейнерными отправлениями.

6.3 Кальция гипохлорит должен храниться в упаковке изготовителя штабелями в крытых неотапливаемых, хорошо вентилируемых, защищенных от попадания атмосферных осадков и прямых солнечных лучей, помещениях. Упаковки должны храниться при достаточной циркуляции воздуха во всем грузе.

Барабаны должны храниться вертикально. Высота штабеля не должна превышать трех ярусов. Штабеля должны иметь ширину не более 2 м, между штабелями должны быть проходы не менее 1 м.

По согласованию с потребителем допускается штабелирование тары с продуктом в четыре яруса.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7 Гарантии изготовителя

7.1 Изготовитель гарантирует соответствие кальция гипохлорита требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения.

7.2 Гарантийный срок хранения – 8 лет.

Приложение А
(обязательное)

Ссылочные нормативные документы

Таблица А.1

Обозначение и наименование документа, на который дана ссылка	
ГОСТ 8.579-2002	ГСОЕИ. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.4.011-89	ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
ГОСТ 12.4.103-83	ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация
ГОСТ 17.2.3.02-2014	Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 4204-77	Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4232-74	Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4517-2016	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4919-2016	Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5044-79	Бараны стальные тонкостенные для химических продуктов. Технические условия
ГОСТ 5789-78	Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6732.2-89	Красители органические, продукты промежуточные для красителей, вещества текстильно-вспомогательные. Методы отбора проб
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов
ГОСТ 14919-83	Электроплиты, электроплитки и жарочные шкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 25263-82	Кальция гипохлорит нейтральный. Технические условия

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 26319-84	Грузы опасные. Упаковка
ГОСТ 27068-86	Реактивы. Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 29169-91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251-91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 31340-2013	Предупредительная маркировка химической продукции
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ OIML R 111-1-2009	ГСОЕИ. Гири классов E ₁ , E ₂ , F ₁ , F ₂ , M ₁ , M ₁₋₂ , M ₂ , M ₂₋₃ и M ₃ . Часть 1. Метрологические и технические требования
ТУ 25-1894.003-90	Секундомеры механические
ТУ 1415-005-47870754-2013	Бочки стальные закатные
ТУ 1415-007-44946156-2009	Барабаны стальные тонкостенные для химической продукции
ТУ 2638-025-00334735-96	Крахмал-индикатор (чистый)
ТУ 2297-001-54011141-01	Бочки полиэтиленовые
ТУ 38 1051835-88	Пробки резиновые конусные
ГН 2.1.6.2309 -07	Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
ГН 2.2.5.3532-18	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
СП 1.1.1058-01	Организация и проведение производственного контроля за соблюдением санитарных правил и выполнением санитарно - противоэпидемических (профилактических) мероприятий
СП 2.2.2.1327-03	Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту

Примечание – В случае замены ссылочного документа, при пользовании настоящими техническими условиями, 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ								
Номер изме- нения	Номера листов (страниц)				Всего листов (стра- ниц) в доку- менте	Дата введе- ния в дей- ствие	Дата вне- сения из- менения (или реги- страции)	Подпись
	Изме- ненных	Заменен- ных	Новых	Анну- лиро- ванных				
1	Все				16	2019.01.16	2019.01.11	Евсеева
2	Все				3	2019.12.04	2019.12.04	Рыжова