

(19)



(10) **LT 4886 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **4886**

(51) Int. Cl. 7: **G01N 31/22**
G01N 33/18

(21) Paraiškos numeris: **2001 040**

(22) Paraiškos padavimo data: **2001 04 06**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2001 11 26**

(45) Patent paskelbimo data: **2002 02 25**

(62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos numeris: **PCT/FR99/01727**

(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: **1999 07 15**

(85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: **2001 04 06**

(30) Prioritetas: **98/11272, 1998 09 09, FR**

(72) Išradėjas:

Frederick MANTISI, FR
Jean Pierre GAUTIER, FR

(73) Patent savininkas:

ATOFINA, 4/8, cours Michelet, La Defence 10, 92091 Paris La Defense Cedex, FR

(74) Patentinis patikėtinis:

Rita LAURINAVIČIŪTĖ, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Azodažo vandeninis tirpalas, jo pagaminimo būdas ir panaudojimas

(57) Referatas:

Šis išradimas yra susijęs su stabiliu vandeniniu tirpalu (A), į kurį įeina azodažas, kurio spalva arba jos intensyvumas kinta esant chloro dioksido, boratinis buferis ir vienas arba keletas maskuojančių agentų. Išradimas taip pat yra susijęs su minėto tirpalo pagaminimo būdu ir su jo panaudojimu liekamojo chloro dioksido nustatymu vandenyje.

Šis išradimas yra susijęs su stabilium vandeniniu tirpalu (A), į kurį įeina azodažas, kurio spalva arba kurio spalvos intensyvumas kinta esant chloro dioksido, boratinis buferis ir vienas arba daugiau maskuojančių agentų, su jo pagaminimo būdu ir su jo panaudojimu liekamojo chloro dioksido nustatymui vandenyje.

Nuo chloro sąveikos su neapdorotame vandenyje esančiais mikroorganizmais, duodančios toksiškus junginius, tokius kaip trihalogenmetanai, atradimo, pasaulyje buvo atlikta daug tyrimų, norint rasti pakeičiančius chlorą tirpalus geriamam vandeniui dezinfekuoti. Viena iš pasiūlytų dezinfekcinių medžiagų yra chloro dioksidas. Tokiu būdu pastarųjų dešimtmečių bėgyje chloro dioksidas buvo naudojamas daugelyje šalių geriamam vandeniui dezinfekuoti ir pramoniniams vandenims kondicionuoti.

Taigi, turint omenyje, kad liekamasis dezinfekuojančios medžiagos kiekis vandenyje turi būti pakankamas, kad apsaugotų jį nuo paskesnio užteršimo, yra svarbu sugebėti tiksliai nustatyti jos kiekį.

Be to, vandens apdorojimo metu ir paskirstymo tinkluose chloro dioksidas dalyvauja įvairiose oksidacijos reakcijose, kurios gali duoti pašalinius redukcijos ir skilimo produktus, pagrindinai susidarant chloridams, chloritams ir chloratams. Taigi pasirodo, kad yra būtina turėti patikimą chloro dioksido kiekio nustatymo būdą net ir esant kitiems oksidavimo agentams ir chloro junginiams.

Galų gale, chloro dioksido kiekio vandenyje nustatymo būdas turėtų apimti ribotą skaičių operacijų ir turėtų būti galima jį atlikti tiesiog vietoje, kad būtų išvengiama chloro dioksido nuostolių dėl degazacijos.

Nors chloro dioksidui nustatyti buvo pasiūlyta keletas būdų, nei vienas iš jų netenkina visų aukščiau paminėtų kriterijų. Įvairūs iki šiol žinomi būdai, ypačingai kolorimetriniai būdai, yra išvardinti J.D. Peak disertacijoje, Edmonton, Alberta, 1991. Pagal J.D. Peak, kadangi šie kolorimetriniai būdai yra faktiškai neselektyvūs, pramonėje rutininei analizei jie yra nebenaudojami.

Konkrečiau, DPD (N,N-dietil-p-fenilendiamino sulfata) naudojantis būdas, kuris yra nepakankamai selektyvus, dažnai duoda klaidingus rezultatus. Be to, jis neleidžia nustatyti mažesnių nei 0,1 mg/ml chloro dioksido kiekių.

Panašiai ir alizarino violeto 3R (ACVK) spalvos praradimu paremtas būdas, kurį išstobulino W.J. Masschelein, *Analytical Chemistry*, 38 (1996) 1839, turi didesnę nei 0,1 mg/ml chloro dioksido kiekio nustatymo slenkstį.

Norėdami padaryti chlorfenolio raudonojo (CPR) būdą selektyviu, J. Fletcher ir P. Hemmings (*Analyst*, June 1985, vol. 110, 695) pasiūlė naudoti maskuojančius agentus. Šis būdas, kuris apima keletą stadijų, susideda iš mėginio sumaišymo su natrio ciklamato tirpalu, po to maišant tuoj pat pridedama buferio tirpalo, po to chlorfenolio raudonojo tirpalo ir galų gale – tioacetamido tirpalo. Išmatavus optinį tankį esant 520 nm bangos ilgiui UV-matomosios šviesos spektrofotometru, galima nustatyti liekamojo chloro dioksido kiekį mėginyje.

Didžiausias šio būdo trūkumas yra tas, kad į jį įeina eilė mėginio suleidimo į kontaktą su keletu reagentų stadijų, o tai duoda žymius ir nekontroliuojamus chloro dioksido nuostolius dėl degazacijos (iki 30 %).

Panaudojant Pareiškėjo Kompanijos išradėjų vandeninį tirpalą (A), į kurį įeina azodažas, kurio spalva arba kurio spalvos intensyvumas kinta esant chloro dioksido, boratinis buferis ir vienas arba daugiau maskuojančių agentų, dabar yra galima tiksliai ir selektyviai nustatyti liekamojo chloro dioksido kiekį vandenyje, ypatingai geriamame vandenyje.

Geriausia, kai azodažas yra pasirinktas iš amaranto (1-(4-sulfo-1-naftilazo)-2-naftol-3,6-disulfonrūgšties trinatric druska, $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$), C.I. 16185 ir Evanso mėlio (6,6'-[(3,3'-dimetil[1,1'-bifenil]-4,4'-diil)bis(azo)]bis[4-amino-5-hidroksi-1,3-naftalendisulfonrūgšties trinatric druska), C.I. 233860.

Azodažo koncentracija tirpale (A) yra paprastai tarp 1×10^{-6} ir 1×10^{-3} M, geriau – tarp 2×10^{-5} ir 8×10^{-4} M.

Buvo rasta, kad ypatingai tinkama yra maždaug 2×10^{-4} M amaranto koncentracija.

Kai dažas yra Evanso mėlis, pageidautina pasirinkti maždaug 5×10^{-5} koncentraciją.

Borato jonų tirpale (A) yra santykiu nuo maždaug 5×10^{-3} M iki 1×10^{-1} M. Tinkamiausia borato jonų koncentracija yra maždaug 5×10^{-2} M.

Aukščiau duotame tekste ir toliau terminas "maskuojantis agentas" reiškia bet kokį junginį, galintį reaguoti su laisvu chloru. Kaip pavyzdžiai gali būti paminėti glicinas, šarminių arba žemės šarminių metalų ciklamatai ir vandeninis amoniakas. Maskuojančio agento(u) kiekis tirpale (A) priklauso nuo jo (jų) prigimtės.

Geriausia naudoti vandeninį amoniaką, o tinkamiausias jo kiekis yra tarp 1 ir 4 g/l tirpalo (A).

Šio išradimo vandeniniame tirpale taip pat gali būti vienas arba daugiau metalus kompleksuojančių agentų, tokių kaip EDTA (etilendiamintetraacto rūgštis) druskos. Naudojamo kompleksuojančio agento(u) kiekis kinta priklausomai nuo jo (jų) prigimtės. EDTA natrio druskos atveju, kiekis, naudojamas litrai tirpalo (A), yra paprastai tarp 0,5 ir 2 g, geriau apie 1 g. Labiausiai tinkamo tirpalo (A) litre yra 5×10^{-2} mol. borato, $1,5 \times 10^{-2}$ mol. vandeninio amoniako, 1 g EDTA natrio druskos ir 2×10^{-4} mol. amaranto arba 5×10^{-5} mol. Evanso mėlio.

Kitas šio išradimo objektas yra tirpalo (A) pagaminimo būdas.

Bendru atveju, šis būdas apima tokias stadijas:

(a) buferinta vandeninė terpė yra pagaminama sudedant azodažą, maskuojantį agentą(us) ir boratinio buferio tirpalą į konteinerį, kuriame yra pakankamas kiekis du kartus dejonizuoto vandens,

(b) į jį, jeigu pageidaujama, maišant supilamas kompleksuojantis agentas, ištirpintas du kartus dejonizuotame vandenyje,

(c) tirpalas praskiedžiamas iki norimo tūrio du kartus dejonizuotu vandeniu.

Pageidautina, kad (a) stadijoje pagamintos vandeninės terpės pH būtų apie 9,2,

Konkrečiau, tirpalo (A) pagaminimo būdas apima tokias viena paskui kitą einančias stadijas:

(i) azodažas ištirpinamas du kartus dejonizuotame vandenyje konteineryje,

(ii) į jį supilamas boratinio buferio tirpalas, o po to maskuojančio agento(u) tirpalas,

- (iii) įpilama du kartus dejonizuoto vandens ir išmatuojamas pH,
- (iv) jeigu reikia, pH sureguliuojamas iki 9,2,
- (v) jeigu pageidaujama, maišant ištirpinamas kompleksuojantis agentas,
- (vi) du kartus dejonizuotu vandeniu tirpalas praskiedžiamas iki norimo tūrio.

pH sureguliuvimui geriausia naudoti vandeninį amoniako tirpalą. Ir kaip maskuojantis agentas, ir pH sureguliuoti ypatingai tinkamas yra vandeninis 28 % pagal masę amoniako tirpalas

Tokiu būdu pagamintas tirpalas (A) uždaramame butelyje išlieka stabilus kambario temperatūroje mažiausiai vieną mėnesį.

Trečiasis šio išradimo objektas yra liekamojo chloro dioksido kiekio nustatymo pramoniniame vandenyje, geriamame vandenyje po biocidinio apdorojimo arba dezinfekcijos ir paskirstymo tinkluose būdas. Šis būdas susideda iš vandens, kurį reikia analizuoti, suleidimo į kontaktą su vandeniniu tirpalu (A), o po to gauto tirpalo (S) optinio tankio matavimo UV-matomosios šviesos spektrofotometru, imant pasirinktam dažui būdingą bangos ilgį. Šis bangos ilgis yra 521 nm amaranto atveju ir 606 nm Evanso mėlio atveju.

Suleidimo į kontaktą operacija paprastai atliekama, imant analizuojamo vandens ir vandeninio tirpalo (A) tūrių santykį tarp 10 ir 30, geriau apie 24.

Optinis tankis paprastai matuojamas palyginamuoju tirpalu imant analizuojamą vandenį, į kurį pridėta pakankamai redukcijos agento, konkrečiau agento chloro dioksidui suredukuoti, tokio kaip, pavyzdžiui, natrio tiosulfatas.

Geriausia analizuojamą vandenį suleisti į kontaktą su tirpalu (A), kurio 1 litre yra 5×10^{-2} mol. borato, $1,5 \times 10^{-2}$ mol. vandeninio amoniako, 1 g EDTA natrio druskos ir 2×10^{-4} mol. amaranto arba 5×10^{-5} mol. Evanso mėlio.

Pageidautina, kad analizuojamas vanduo būtų paimamas tiesiogiai iš šaltinio, o suleidimo į kontaktą operacija atliekama panardinant analizuojamojo vandens įleidimo įtaisą į tirpalą (A). Dirbant tokiu būdu galima išvengti chloro dioksido nuostolių dėl degazacijos ir sumažinti paklaidas, atsirandančias dėl analizuojamojo mėginio paėmimo.

Po to, panaudojant UV-matomosios šviesos spektrofotometrą, 2,5 cm optinio kelio ilgio kiuvetę ir palyginamuoju tirpalu imant analizuojamą vandenį,

į kurį pridėta natrio tiosulfato, matuojamas gauto tirpalo optinis tankis esant pasirinktam dažui būdingam bangos ilgiui.

Atidedant optinio tankio matavimo reikšmę palyginamojo tirpalo atžvilgiu ant kalibracijos kreivės, gaunamas liekamojo chloro dioksido kiekis analizuojamajame vandenyje.

Prieš bandymą paprastai žinomu būdu yra nustatoma kalibracijos kreivė, naudojant eilę chloro dioksido tirpalų, kurių koncentracijos yra žinomos ir riboja kalibracijos kreivės tiesinę dalį (t.y. mažesnės nei $500 \mu\text{g ClO}_2$ litre).

Nustatymo būdas gali būti lengvai pritaikomas spektrofotometrams su skirtingais optinio kelio ilgių priedais (1, 5 arba 10 cm), pritaikant dažo koncentraciją tirpale (A) ir nustatant atitinkamą kalibracijos kreivę.

Taigi, šio išradimo būdas duoda galimybę selektyviai nustatyti liekamojo chloro dioksido kiekį geriamame vandenyje arba pramoniniame vandenyje net iki tokių mažų, kaip $6 \mu\text{g/l}$, kiekių. Be to, suleidus į kontaktą vandeninį tirpalą (A) su analizuojamu vandeniu, matavimas UV-matomos šviesos spektrofotometru gali būti atliekamas netgi po 7-10 dienų.

E K S P E R I M E N T I N Ė D A L I S

Toliau duodami pavyzdžiai iliustruoja tinkamiausius šio išradimo įgyvendinimo variantus.

1 pavyzdys

Tirpalo (A) paruošimas

Vienas litras tirpalo (A) pagaminamas taip:

(i) ištirpinama 121,2 mg amaranto Ref. A-1016(97) Sigma maždaug 100 ml du kartus dejonizuoto vandens,

(ii) ištirpinama 3,09 g boro rūgšties 500 ml 0,1 M KCl tirpalo ir terpė homogenizuojama,

(iii) po to į vieno litro talpos cheminę stiklinę supilama visas (i) stadijoje pagamintas amaranto tirpalas, po to (ii) stadijoje pagamintas buferio tirpalas ir 1 ml 28 % pagal masę koncentracijos vandeninio amoniako tirpalas,

(iv) į šį mišinį pridedama 300 ml du kartus dejonizuoto vandens, ir išmatuojamas gauto tirpalo pH,

(v) gauto (iv) stadijoje tirpalo pH sureguliuojamas iki 9,2, naudojant koncentruotą vandeninį 28 % pagal masę amoniako tirpalą,

(vi) po to į jį pridedama 1 g EDTA natrio druskos ir maišoma tol, kol ji ištirpsta,

(vii) galų gale (vi) stadijoje gautas tirpalas supilamas į 1000 ml matavimo kolbą ir du kartus dejonizuotu vandeniu praskiedžiamas iki padalos ženklo.

Standartinių chloro dioksido tirpalų paruošimas

Pradinis maždaug 10 mg/l koncentracijos tirpalas yra pagaminamas praskiedžiant du kartus dejonizuotu vandeniu chloro dioksidą, gautą (i) suskaldant natrio chloritą sulfato rūgštimi, (ii) išgryninant (i) stadijoje gautą chloro dioksidą leidžiant jį burbuliukais į chlorito tirpalą ir (iii) ištirpinant tokiu būdu gautą chloro dioksidą du kartus dejonizuotame vandenyje.

Tada yra matuojamas šio pradinio tirpalo optinis tankis, esant 360 nm bangos ilgiui, UV-matomosios šviesos spektrofotometru 5 cm kvarco kiuvetėje, suregulavus prietaisą taip, kad rodytų nulinį optinį tankį pagal du kartus dejonizuotą vandenį.

Po to apskaičiuojama šio pradinio tirpalo koncentracija, naudojant formulę:

$$C = \frac{AB \times 67450}{1250 \times L},$$

kurioje C reiškia pradinio tirpalo koncentraciją, ClO_2 mg/l,

AB reiškia tirpalo optinį tankį,

L reiškia kiuvetės sluoksnio storį, cm.

Reikšmės 1250 ir 67450 atitinkamai atitinka chloro dioksido molinę sugertį, $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$, ir molekulinę masę, mg.

Spalvos praradimo kalibracijos kreivė bandyme su amarantu

Pagaminami šeši standartiniai tirpalai, kurių chloro dioksido koncentracijos yra tarp 20 ir 500 $\mu\text{g/l}$, įpilant po 10 ml tirpalo (A) į šešias 250

ml talpos matavimo kolbas, po to pridėdant pradinio tirpalo tūrį (V), kuris yra keičiamas priklausomai nuo norimos pagaminti koncentracijos.

Pradinio tirpalo tūris (V) yra paimamas naudojant tikslias pipetes ir šis tūris įleidžiamas į matavimo kolbą, įmerkiant pipetės galą į tirpalą (A) ir vengiant maišymo arba sruvenimo per kolbos sienelės, kad būtų išvengiama chloro dioksido nuostolių dėl degazacijos.

Tokiu būdu pagamintas standartinis tirpalas praskiedžiamas iki padalos ženklo du kartus dejonizuotu vandeniu ir homogenizuojamas, stengiantis išvengti chloro dioksido nuostolių. Galų gale tirpalas paliekamas stovėti 30 sekundžių.

Pagaminti tirpalai yra stabilūs mažiausiai savaitę.

Etaloninis tirpalas (R) pagaminamas įpilant 10 ml tirpalo (A) į septintą matavimo kolbą ir praskiedžiant jį iki padalos ženklo du kartus dejonizuotu vandeniu.

Matuojamas gautų tirpalų optinis tankis, esant 521 nm bangos ilgiui, pagal etaloninį tirpalą, naudojant UV-matomosios šviesos spektrofotometrą, 2,5 cm kiuvetėse. Po to braižoma kalibracijos kreivė, gaunant išmatuoto optinio tankio priklausomybę nuo pagamintų tirpalų koncentracijos.

Likusio po apdorojimo chloro dioksido kiekio geriamame vandenyje nustatymas

10 ml (vii) stadijoje gauto vandeninio tirpalo įpilama į 250 ml talpos matavimo kolbą, kuri po to užpildoma iki padalos ženklo analizuojamu vandeniu, gautu tiesiai iš šaltinio, per vamzdelį, įmerkiant jį į šį vandeninį tirpalą. Po to, stengiantis išvengti chloro dioksido nuostolių, gautas tirpalas homogenizuojamas ir jis būna stabilus 7-10 dienų.

Naudojant UV-matomosios šviesos spektrofotometrą, kvarcinėje kiuvetėje, kurios optinio kelio ilgis yra 2,5 cm, išmatuojamas gauto tirpalo optinis tankis, palyginimui naudojant analizuojamą vandenį, į kurį pridėta išgryninto ir perkristalinto natrio tiosulfato, kurio kiekis yra toks, kad jo užtektų suredukuoti visus analizuojamame vandenyje esančius oksiduojančius agentus.

Liekamojo chloro dioksido kiekis mėginyje nustatomas atidedant išmatuotą optinį tankį ant kalibracijos kreivės.

2 pavyzdys

Procesas vykdomas kaip ir aukščiau duotame pavyzdyje, išskyrus tai, kad vietoj 121,2 mg amaranto ištirpinama 56,6 mg Evanso mėlio Ref. 20,633-4 Aldrich, o standartinių tirpalų ir analizuojamo vandens optinis tankis yra matuojamas, esant 606 nm bangos ilgiui vietoj 521 nm.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Vandeningis tirpalas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad į tirpalą įeina azodažas, kurio spalva kinta esant chloro dioksido, boratinis buferis ir vienas arba daugiau maskuojančių agentų.

2. Vandeningis tirpalas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad azodažas yra amarantas arba Evanso mėlis.

3. Vandeningis tirpalas pagal 1 arba 2 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jame esančio azodažo koncentracija yra tarp 1×10^{-6} ir 1×10^{-3} mol/litre, geriau tarp 2×10^{-5} ir 8×10^{-4} mol/litre.

4. Vandeningis tirpalas pagal vieną iš 1-3 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad maskuojantis agentas yra vandeninis amoniakas.

5. Vandeningis tirpalas pagal vieną iš 1-4 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jame esančio borato koncentracija yra tarp 5×10^{-3} ir 1×10^{-1} mol/litre.

6. Vandeningis tirpalas pagal vieną iš 1-5 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad į jį įeina dar ir vienas arba daugiau metalus kompleksuojančių agentų.

7. Vandeningis tirpalas pagal 6 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad kompleksuojantis agentas yra EDTA natrio druska.

8. Vandeningis tirpalas pagal 7 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jame yra 5×10^{-2} mol borato, $1,5 \times 10^{-2}$ mol vandeninio amoniako, 1 g EDTA natrio druskos ir 2×10^{-4} mol amaranto.

9. Vandeningis tirpalas pagal 7 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jame yra 5×10^{-2} mol borato, $1,5 \times 10^{-2}$ mol vandeninio amoniako, 1 g EDTA natrio druskos ir 5×10^{-5} mol Evanso mėlio.

10. Vandeningio tirpalo pagal vieną iš 1-9 punktų pagaminimo būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jis apima tokias stadijas:

(a) pagaminama buferinta vandeninė terpė, sudedant azodažą, maskuojantį agentą(us) ir boratinio buferio tirpalą į konteinerį, kuriame yra pakankamas kiekis du kartus dejonizuoto vandens,

(b) į jį, jeigu pageidaujama, maišant supilamas kompleksuojantis agentas, ištirpintas du kartus dejonizuotame vandenyje,

(c) tirpalas praskiedžiamas iki norimo tūrio du kartus dejonizuotu vandeniu.

11. Būdas pagal 10 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jis apima tokias stadijas:

(i) azodažas ištirpinamas du kartus dejonizuotame vandenyje konteineryje,

(ii) į konteinerį supilamas (i) stadijoje pagamintas tirpalas, po to boratinio buferio tirpalas ir ant galo maskuojančio agento(u) tirpalas,

(iii) į šį mišinį įpilama du kartus dejonizuoto vandens ir išmatuojamas pH,

(iv) jeigu reikia, pH sureguliuojamas iki 9,2, naudojant koncentruotą amoniako tirpalą,

(v) jeigu pageidaujama, maišant ištirpinamas kompleksuojantis agentas, ir

(vi) tirpalas du kartus dejonizuotu vandeniu praskiedžiamas iki norimo tūrio.

12. Būdas pagal 11 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad (ii) ir (iv) stadijose naudoja koncentruotą 28 % pagal masę amoniako tirpalą.

13. Būdas pagal 12 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jis susideda iš:

(i) 121,2 mg amaranto Ref. A-1016(97) Sigma arba 56,5 mg Evanso mėlio Ref. 20,633-4 Aldrich ištirpinimo maždaug 100 ml du kartus dejonizuoto vandens,

(ii) buferio tirpalo, turinčio 5×10^{-2} M borato, pagaminimo, ištirpinant 3,09 g boro rūgšties 500 ml 0,1 M KCl tirpalo, ir terpės homogenizavimo,

(iii) supylimo viso (i) stadijoje pagaminto amaranto arba Evanso mėlio tirpalo, po to (ii) stadijoje pagaminto buferio tirpalo ir 1 ml 28 % pagal masę koncentracijos vandeninio amoniako tirpalo į vieno litro talpos kolbą,

(iv) 300 ml du kartus dejonizuoto vandens įpylimo į šį mišinį ir gauto tirpalo pH išmatavimo,

(v) gauto (iv) stadijoje tirpalo pH sureguliovimo iki 9,2, naudojant koncentruotą vandeninį 28 % pagal masę amoniako tirpalą,

(vi) 1 g EDTA natrio druskos pridėjimo į šį tirpalą ir maišymo tol, kol ji ištirpsta,

(vii) galų gale, (vi) stadijoje gauto tirpalo supylimo į 1000 ml matavimo kolbą ir praskiedimo iki padalos ženklo du kartus dejonizuotu vandeniu.

14. Liekamojo chloro dioksido kiekio pramoniniame vandenyje, geriamame vandenyje po apdorojimo arba paskirstymo tinkluose būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad jis apima analizuojamo vandens suleidimą į kontaktą su vandeniniu tirpalu (A) pagal vieną iš 1-9 punktų, po to gauto tirpalo optinio tankio išmatavimą, imant pasirinktam dažui būdingą bangos ilgį, UV-matomosios šviesos spektrofotometru.

15. Būdas pagal 14 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad suleidimo į kontaktą operacija yra vykdoma, imant analizuojamojo vandens ir tirpalo (A) tūrių santykį tarp 10 ir 30.

16. Būdas pagal 14 arba 15 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad vandeninis tirpalas (A) yra pagamintas pagal 13 punktą.

17. Būdas pagal 16 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad į 250 ml talpos matavimo kolbą įleidžia 10 ml vandeninio tirpalo pagal 13 punktą, tirpalą praskiedžia iki padalos ženklo analizuojamu vandeniu ir UV-matomosios šviesos spektrofotometru išmatuoja gauto tirpalo optinį tankį, imant 521 nm bangos ilgį amarantui arba 606 nm bangos ilgį Evanso mėliui.