

ПНД Ф 14.1:2:3.99-97

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРОКАРБОНАТОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

УТВЕРЖДАЮ Директор ФГБУ "Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия" В.В.Новиков 22 июня 2017 г.

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

Издание 2017 г.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации "СЕРТИМЕТ" Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации N RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным государственным бюджетным учреждением "Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия" (ФГБУ "ФЦАО").

Настоящее издание методики введено в действие взамен предыдущего издания ПНД Ф 14.1:2.99-97* и действует до выхода нового издания с 20 сентября 2017 года.

* Вероятно, ошибка оригинала. Следует читать [ПНД Ф 14.2.99-97](#). - Примечание изготовителя базы данных.

[Сведения об аттестованной методике измерений](#) переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Заместитель директора ФГБУ "ФЦАО" А.Б.Сучков

Разработчик: © ООО НПП "Акватест"

Адрес: 344022, г.Ростов-на-Дону, ул.Журавлева, 44

тел./факс: (863) 292 30 18; (863) 263 80 33

e-mail: atest@bk.ru; aquatest@donpac.ru

<http://www.atest-rostov.ru>

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных (поверхностных и подземных) и сточных вод в диапазоне от 10,0 до 1200 мг/дм³ потенциометрическим (вариант 1) или обратным (вариант 2) титрованием.

Измерениям по варианту 1 мешают компоненты пробы, загрязняющие поверхности электродов, измерениям по варианту 2 мешают мутность, окраска пробы, наличие в ней свободного хлора.

Устранение мешающих влияний осуществляют в соответствии с п.11.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

[ГОСТ 12.0.004-2015](#) ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

[ГОСТ 12.1.004-91](#) ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

[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 12.4.009-83](#) ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

[ГОСТ 17.1.5.04-81](#) Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия.

[ГОСТ 17.1.5.05-85](#) Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков.

[ГОСТ 1770-74](#) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

[ГОСТ 3118-77](#) Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

[ГОСТ 4199-76](#) Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия.

[ГОСТ 4234-77](#) Реактивы. Калий хлористый. Технические условия.

[ГОСТ 6709-72](#) Вода дистиллированная. Технические условия (с Изменениями N 1, 2).

[ГОСТ 6755-88](#) Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия.

[ГОСТ 9147-80](#) Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

[ГОСТ 14919-83](#) Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

[ГОСТ 16317-87](#) Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия.

[ГОСТ 25336-82](#) Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

[ГОСТ 27068-86](#) Реактивы. Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

[ГОСТ 27384-2002](#) Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.

[ГОСТ 29169-91](#) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

[ГОСТ 29224-91](#) Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения.

[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.

[ГОСТ 31957-2012](#) Вода. Методы определения щёлочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов.

[ГОСТ Р 12.1.019-2009](#) ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

[ГОСТ Р 52501-2005](#) (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

[ГОСТ Р 53228-2008](#) Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

[ГОСТ Р 55878-2013](#) Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические

условия.

[ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002](#) Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

[ГОСТ OIML R 76-1-2011](#) Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

[ТУ 6-09-1181-89](#) Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14. Технические условия.

[ТУ 6-09-1678-95](#) Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).

ТУ 6-09-4070-75* Метиловый красный водорастворимый, индикатор/4-(диметиламино)-АЗОБЕНЗОЛ-2-карбоновой кислоты натриевая соль; метиловый красный, натриевая соль квалификации чистый для анализа.

* Документ в информационных продуктах не содержится. За информацией о документе Вы можете обратиться в [Службу поддержки пользователей](#). - Примечание изготовителя базы данных.

[ТУ 6-09-4128-88](#) Аскарит чистый. Технические условия.

ТУ 6-09-5331-87 Натрий бромид (натрий бромистый) чистый. Технические условия.

[ТУ 6-09-5360-88](#) Фенолфталеин ЧДА. Технические условия.

[ТУ 64-1-909-80](#) Шкафы сушильно-стерилизационные ШСС-80П.

ТУ 2265-011-43153636-2015 Мембрана ацетатцеллюлозная Владипор МФАС-ОС-2; 37 мм (0,45 мкм).

[ТУ 2463-044-05015207-97](#) Метиленовый голубой.

ТУ 2642-581-00205087-2007 Стандарт-титры для титриметрии.

ТУ 2642-595-00205087-2006 Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 3-го разряда.

[ТУ 3616-001-32953279-97](#) Приборы вакуумного фильтрования ПВФ-35 и ПВФ-47.

ТУ 4215-051-89650280-2009 pH-метры pH-150МИ и иономеры модификации рХ-150МИ, рХ-150.1МИ и рХ-150.2МИ.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Гидрокарбонаты, карбонаты и свободный диоксид углерода представляют собой формы существования угольной кислоты в воде. Количественные соотношения между ними определяются состоянием карбонатно-кальциевой системы и в значительной степени зависят от величины pH. Ионы HCO_3^- - производные первой ступени диссоциации угольной кислоты, они преобладают в воде в интервале pH 7,0-9,0, а при pH 8,3-8,4 их мольная доля превышает 0,97. Гидрокарбонаты являются составной частью более общего показателя качества воды, определяемого как щёлочность ([ГОСТ 31957](#)).

В основу измерения массовой концентрации гидрокарбонатов положено взаимодействие ионов HCO_3^- с сильной кислотой с образованием слабой угольной кислоты, распадающейся в растворе на H_2O и свободный CO_2 .

При потенциометрическом титровании (вариант 1) пробу титруют раствором соляной кислоты до pH 4,5 с индикацией точки эквивалентности при помощи pH-метра. Вариант 2 (обратное

титрование) предусматривает добавление избытка соляной кислоты, удаление образующегося CO_2 и последующее титрование избытка кислоты раствором тетрабората натрия в присутствии визуального индикатора.

4 ТРЕБОВАНИЯ К ПОКАЗАТЕЛЯМ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1 Методика измерений должна обеспечивать выполнение измерений с погрешностью (неопределенностью), не превышающей норм точности измерений показателей состава и свойств вод, установленных [ГОСТ 27384](#).

4.2 Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазоны измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости, правильности

Диапазоны измерений массовой концентрации гидрокарбонатов, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (относительное средне-квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное средне-квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_c$, %
Вариант 1 (потенциометрическое титрование)				
От 10,0 до 20,0 включ.	25	6	8	19
Св. 20,0 до 50,0 включ.	21	4	6	17
Св. 50,0 до 1200 включ.	11	2	4	8
Вариант 2 (обратное титрование)				
От 10,0 до 20,0 включ.	25	8	12	8
Св. 20,0 до 50,0 включ.	15	5	7	6
Св. 50,0 до 1200 включ.	11	3	5	4

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

5 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

5.1 Средства измерений, стандартные образцы, лабораторная посуда, вспомогательные устройства

Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г	ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1
pH-метр или иономер с погрешностью измерения не более 0,05 единиц pH в комплекте с измерительным и вспомогательным хлорсеребряным электродами и термокомпенсатором (для измерений по варианту 1)	ТУ 4215-051-89650280
Термометр с ценой деления 0,2°C и диапазоном измеряемых температур от 0°C до 100°C	ГОСТ 29224
Секундомер или часы с секундной стрелкой любого типа	
Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а вместимостью 200, 250, 500, 1000 см ³	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 3 вместимостью 1, 2, 5 см ³	ГОСТ 29227
Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 вместимостью 2, 5, 10, 25, 50 и 100 см ³	ГОСТ 29169
Бюретки 2 класса точности исполнения 1, 3, 4 вместимостью 5, 10 и 25 см ³	ГОСТ 29251
Цилиндры мерные 2 класса точности исполнения 1, 3 вместимостью 25, 100, 500, 1000 см ³	ГОСТ 1770
Стандартный образец состава водного раствора гидрокарбонат-ионов с аттестованным содержанием гидрокарбонатов 1,0 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95 \pm 1\%$	ГСО 8403-2003
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8, СВ-34/10, СВ-45/13	ГОСТ 25336
Стаканы химические низкие	ГОСТ 25336
или стаканы полипропиленовые вместимостью 100 и 150 см ³ (для измерений по варианту 1)	
Стаканы В-1 ТХС вместимостью 50, 100, 250, 1000 см ³	ГОСТ 25336
Колбы конические Кн исполнения 2 ТС вместимостью 250, 500, 1000 см ³	ГОСТ 25336
Колба с тубусом (Бунзена) вместимостью 250 или 500 см ³	ГОСТ 25336
Капельницы исполнения 1, 2	ГОСТ 25336
Воронки лабораторные В-56-80 ХС или В-75-110 ХС	ГОСТ 25336
Воронка фильтровальная ВФ-1 диаметром 40-60 мм ПОР 16 - ПОР 160	ГОСТ 25336

или

воронка Бюхнера N 1, 2

[ГОСТ 9147](#)

Ступка N 2

[ГОСТ 9147](#)

Чашка выпарительная N 2

[ГОСТ 9147](#)

Эксикатор

[ГОСТ 25336](#)

Трубки хлоркальциевые ТХ-П-1-17 или ТХ-П-1-25

[ГОСТ 25336](#)

Склянка типа СПЖ или СПТ вместимостью 250 см³

[ГОСТ 25336](#)

Склянка для промывания газов СН исполнения 1
вместимостью 100 см³

[ГОСТ 25336](#)

Капилляры пластиковые или стеклянные с изогнутым концом

Палочка стеклянная

Трубки соединительные из силиконовой резины,
поливинилхлорида, тефлона, стекла с внутренним диаметром
5-6 мм

Склянки для хранения проб и растворов из светлого и темного
стекла вместимостью 100, 250, 500, 1000 см³

Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения
проб и растворов вместимостью 250, 500, 1000 см³

Мешалка магнитная с 100-1000 об/мин с перемешивающим
элементом длиной 20-30 мм (для измерений по варианту 1)

Микрокомпрессор для аквариумов любого типа (для
измерений по варианту 2)

Электронагреватель с закрытой спиралью и регулируемой
мощностью нагрева

[ГОСТ 14919](#)

Шкаф сушильный общелабораторного назначения с
температурой нагрева до 130°C

[ТУ 64-1-909](#)

Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47

[ТУ-3616-001-32953279](#)

Холодильник для хранения реактивов и проб,
обеспечивающий температуру (+2÷ +5)°C

[ГОСТ 16317](#)

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерений, стандартных образцов, лабораторной посуды и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.5.1.

5.2 Реактивы и материалы

Кислота соляная, стандарт-титр, 0,1 н

ТУ 2642-581-00205087

или

кислота соляная	ГОСТ 3118
Натрий тетраборнокислый, стандарт-титр, 0,1 н	ТУ 2642-581-00205087
или	
натрий тетраборнокислый 10-водный (тетраборат натрия, бура), перекристаллизованный	ГОСТ 4199
Натрий серноватисто-кислый стандарт-титр, 0,1 н	ТУ 2642-581-00205087
или	
натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный	ГОСТ 27068
Метиловый красный водорастворимый, индикатор	ТУ 6-09-4070
Метиленовый голубой (синий), индикатор	ТУ 2463-044-05015207
Стандарт-титры для рН-метрии (для приготовления образцовых буферных растворов) с аттестованными значениями рН 4,01; 6,86; 9,18 при 25°C	ТУ 2642-595-00205087
Фенолфталеин	ТУ 6-09-5360
Хлорид калия	ГОСТ 4234
Бромид натрия	ТУ 6-09-5331
Аскарит	ТУ 6-09-4128
или	
поглотитель химический известковый ХП-И	ГОСТ 6755
Фильтры бумажные обеззоленные	ТУ 6-09-1678
Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-ОС-2 (0,45 мкм)	ТУ 2265-011-43153636
Спирт этиловый	ГОСТ Р 55878
Инертный газ (азот, аргон, гелий) ос.ч. в баллоне с редуктором (для измерений по варианту 2)	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
или	
вода для лабораторного анализа степени 2	ГОСТ Р 52501

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с характеристиками не хуже указанных в п.5.3.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по [ГОСТ 12.1.007](#).

6.2 Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по [ГОСТ Р 12.1.019](#).

6.3 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по [ГОСТ 12.0.004](#).

6.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по [ГОСТ 12.1.004](#) и иметь средства пожаротушения по [ГОСТ 12.4.009](#).

6.5 Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с [ГОСТ 12.1.005](#).

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или средним специальным химическим образованием или с опытом работы в аналитической лаборатории, владеющие техникой титриметрического анализа и показавшие удовлетворительные результаты при выполнении контроля качества результатов измерений.

8 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

● температура окружающего воздуха	(22±6)°C
● атмосферное давление	(84-106) кПа;
● относительная влажность	не более 80% при температуре 25°C;
● частота переменного тока	(50±1) Гц;
● напряжение в сети	(220±22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб для выполнения измерений массовой концентрации гидрокарбонатов производится в соответствии с [ГОСТ 31861](#) и [ГОСТ 17.1.5.05](#).

9.2 Оборудование для отбора проб должно соответствовать [ГОСТ 31861](#) и [ГОСТ 17.1.5.04](#).

9.3 Пробы отбирают в стеклянную или пластиковую посуду. Предпочтительной является пластиковая посуда. При отборе посуду ополаскивают отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 250 см³, посуду с отобранной пробой заполняют до краев, чтобы в ней не оставался воздух, и герметично закрывают.

9.4 Пробы анализируют как можно скорее после отбора. Если анализ невозможно провести в течение 6 ч после отбора, пробы хранят при температуре (+2 ÷ +5)°C не более 24 ч.

9.5 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа;
- место, дата и время отбора;
- номер (шифр) пробы;
- должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Вода, очищенная от диоксида углерода

Дистиллированную воду или воду для лабораторного анализа кипятят (20-25) мин, быстро охлаждают до комнатной температуры в колбе, закрытой пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка с аскаритом. Хранят не более 1 мес.

Очищенную от диоксида углерода воду (**далее - очищенная вода**), используют для приготовления всех растворов реактивов и индикаторов, а также для разбавления анализируемых проб воды.

10.1.2 Раствор соляной кислоты 0,1 моль/дм³

Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ готовят из стандарт-титра в соответствии с инструкцией на стандарт-титр.

При отсутствии стандарт-титра допускается готовить основной раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ из концентрированной соляной кислоты следующим способом: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят (500-600) см³ очищенной воды и добавляют (8,6±0,1) см³ концентрированной (1,16 г/см³) соляной кислоты. Объем раствора доводят очищенной водой до метки и перемешивают. В этом случае требуется установить точную молярную концентрацию растворов соляной кислоты 0,05 моль/дм³ (п.10.1.3) и 0,02 моль/дм³ (п.10.1.4) в соответствии с п.10.4. Раствор соляной кислоты 0,1 моль/дм³ хранят в плотно закрытой стеклянной или пластиковой посуде не более 1 года.

10.1.3 Раствор соляной кислоты 0,05 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят (500±1) см³ раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм³, доводят объем до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной или пластиковой посуде не более 6 месяцев.

10.1.4 Раствор соляной кислоты 0,02 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 500 см³ вносят (100±1) см³ раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм³, доводят объем до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной или пластиковой посуде не более 4 месяцев.

10.1.5 Раствор тетраборнокислого натрия 0,05 моль/дм³

При использовании стандарт-титра 0,1 н (молярная концентрация 0,05 моль/дм³) раствор готовят в соответствии с документом на стандарт-титр.

При отсутствии стандарт-титра допускается готовить раствор из тетраборнокислого натрия 10-водного $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (буры). Предварительно буру квалификации х.ч. растирают в чистой сухой ступке до однородного состояния, помещают в бюкс и выдерживают до постоянной массы в эксикаторе над бромидом натрия, смоченным несколькими каплями воды.

(9,5342±0,0005) г подготовленной буры переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют небольшое количество очищенной воды до полного растворения соли, доводят объем раствора до метки очищенной водой и перемешивают.

При отсутствии буры квалификации х.ч. допускается использовать буру квалификации ч.д.а., дважды перекристаллизованную из дистиллированной воды в соответствии с приложением А.

Для предотвращения поглощения CO_2 из воздуха раствор буры хранят в герметично закрытой полиэтиленовой (полипропиленовой) посуде. Срок хранения не более 3 мес.

10.1.6 Раствор фенолфталеина

(1,0±0,1) г фенолфталеина растворяют в 100 см³ этилового спирта и добавляют 100 см³ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой посуде не более 6 месяцев.

10.1.7 Образцовые буферные растворы (для измерений по варианту 1)

Образцовые буферные растворы, имеющие значения рН 4,01, 6,86 и 9,18 при 25°C, готовят и хранят в соответствии с инструкцией к ним.

10.1.8 Раствор хлорида калия (для измерений по варианту 1)

Раствор хлорида калия используется для заполнения хлорсеребряного электрода сравнения. В зависимости от модификации электрода применяется насыщенный раствор KCl или растворы меньшей концентрации.

Для приготовления насыщенного раствора 40 г KCl вносят в 100 см³ нагретой до (70-80)°C дистиллированной воды и охлаждают раствор до комнатной температуры. Хранят в закрытой посуде до израсходования.

Приготовление растворов меньшей концентрации осуществляют из соответствующей навески KCl.

10.1.9 Раствор смешанного индикатора (для измерений по варианту 2)

(0,500±0,005) г метилового красного растворяют в 100 см³ этилового спирта.

(0,10±0,01) г метиленового голубого растворяют в 10 см³ дистиллированной воды.

Раствор смешанного индикатора получают добавлением 4 см³ раствора метиленового голубого к 100 см³ раствора метилового красного. Раствор смешанного индикатора должен иметь ярко малиновый цвет в кислой среде и интенсивно зеленый цвет в нейтральной или щелочной среде. Раствор хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

10.1.10 Раствор тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³ (для измерений по варианту 2)

Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ готовят из стандарт-титра в соответствии с инструкцией по его применению.

При отсутствии стандарт-титра допускается приготовление раствора из тиосульфата натрия.

Для этого (2,50±0,01) г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Хранят в темной склянке при температуре (+4 ÷ +8)°C не более 6 месяцев.

10.2 Подготовка оборудования для измерений по варианту 1

Подготовку рН-метра (иономера) и электродов к работе и градуировку осуществляют в соответствии с инструкциями по эксплуатации прибора и электродов и инструкцией по применению буферных растворов. Работу прибора и электродов проверяют по буферным растворам с рН 4,01 и 9,18 ежедневно или при проведении каждой серии измерений. Если отклонение измеренной величины рН от заданной буферным раствором превышает 0,05 ед. рН, то градуировку рН-метра проводят заново.

Для подачи раствора кислоты из бюретки в титруемую пробу на кончик бюретки надевают пластиковую трубку, оканчивающуюся изогнутым сверху стеклянным или пластиковым капилляром с внутренним диаметром на выходе около 1 мм. Трубку закрепляют в держателе электродов таким образом, чтобы кончик капилляра располагался вблизи измерительного электрода.

10.3 Подготовка установки для очистки воздуха от диоксида углерода

При выполнении измерений по варианту 2 для удаления образовавшегося в пробе CO_2 используют кипячение или продувку пробы очищенным воздухом или инертным газом.

При использовании продувки воздухом собирают установку для его очистки из заполненной аскаритом или поглотителем химическим известковым ХП-И склянки СПЖ или СПТ и склянки для промывания газов СН с 10 см^3 дистиллированной воды. Заполненные склянки СПЖ или СПТ и СН последовательно подсоединяют к микрокомпрессору. К выходу склянки СН подсоединяют трубку, которая для удаления образовавшегося в пробе CO_2 должна доставать до дна колбы для титрования. Конец трубки должен быть изогнут под углом, близким к 90° . Регулятором расхода микрокомпрессора или зажимом на трубке устанавливают подачу воздуха на выходе установки $(150-250) \text{ см}^3/\text{мин}$.

10.4 Установление точной концентрации растворов соляной кислоты

Отбирают пипеткой с одной отметкой 10 см^3 раствора кислоты с концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ или 25 см^3 раствора с концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$, переносят в коническую колбу, добавляют соответственно 90 см^3 или 75 см^3 очищенной воды и 10 капель раствора смешанного индикатора. Титруют раствором буры из бюретки вместимостью 10 см^3 до перехода окраски раствора от малиновой к интенсивно зеленой.

В случае использования в лаборатории измерений по варианту 1, точную концентрацию растворов кислоты можно установить потенциометрическим титрованием. Для этого 10 см^3 раствора кислоты с концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ или 25 см^3 раствора с концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$ помещают в стакан вместимостью $(100-150) \text{ см}^3$, добавляют очищенную воду и приливают раствор буры до $(3,9 \pm 0,2) \text{ ед. рН}$. Затем прибавляют раствор буры по 1-2 капли до $(4,50 \pm 0,05) \text{ ед. рН}$.

Титрование повторяют и, если расхождение в объемах раствора буры не превышает $0,05 \text{ см}^3$, за результат принимают среднее арифметическое значение объемов. В противном случае повторяют титрование до получения объемов, различающихся не более, чем на $0,05 \text{ см}^3$. Точную концентрацию растворов кислоты рассчитывают по формуле:

$$C_K = \frac{2C_B \cdot V_B}{V_K}, \quad (1)$$

где C_K - концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм^3 ;

C_B - концентрация раствора буры, моль/дм^3 ;

V_B - объем раствора буры, израсходованный на титрование, см^3 ;

V_K - объем раствора соляной кислоты, взятый для титрования, см^3 .

11 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

При анализе проб сточных вод по варианту 1 поверхность электродов может загрязняться жирами, нефтепродуктами, ПАВ и другими пленкообразующими веществами. Это проявляется в

замедлении изменения pH при добавлении титранта, вследствие чего требуется более 1,5-2 мин для установления равновесия. При анализе таких проб электроды надо регулярно очищать растворителями, указанными в инструкции по эксплуатации электродов, а при отсутствии указаний - этиловым спиртом.

Измерениям по варианту 2 мешают мутность и взвешенные вещества и окраска проб воды, а также наличие в ней свободного хлора, которые затрудняют фиксацию изменения окраски индикатора.

Мешающее влияние взвешенных веществ устраняют фильтрованием через воронку ВФ с пористым стеклянным фильтром, бумажный или мембранный фильтр 0,45 мкм. Первые (15-20) см³ фильтрата отбрасывают.

При окраске пробы воды, не позволяющей четко зафиксировать изменение окраски индикатора, следует выполнять измерения по варианту 1.

Свободный хлор в концентрациях свыше 0,5 мг/дм³ связывают добавлением к пробе раствора тиосульфата натрия из расчета, что 0,1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ удаляет 0,35 мг свободного хлора в пробе.

12 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Выполнение измерений по варианту 1

В стакан вместимостью (100-150) см³ отбирают пипеткой с одной отметкой аликвоту анализируемой воды в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 - Объем аликвоты пробы воды, отбираемый для измерения концентрации гидрокарбонатов, и используемые концентрации раствора соляной кислоты

Предполагаемая концентрация гидрокарбонатов, мг/дм ³	Объем аликвоты пробы воды, см ³	Используемые концентрации соляной кислоты, моль/дм ³
10-50	100	0,02
50-250	100	0,05
250-500	50	0,05
500-1200	25	0,05

Аликвоту объемом 100 см³ допускается вместо пипетки отбирать мерным цилиндром, предварительно проверенным на точность градуировки способом калибрования мерной посуды, рассчитанной на выливание.

Если требуется аликвота пробы 25 см³, то добавляют к ней очищенную воду до 50 см³. Стакан с пробой помещают на магнитную мешалку, опускают в раствор якорь мешалки и электроды и измеряют исходное значение pH пробы.

12.1.1 Если pH пробы не превышает (8,30±0,05) ед. pH, опускают наконечник бюретки в пробу и титруют при постоянном перемешивании раствором кислоты из бюретки вместимостью 5 см³ или 10 см³ в зависимости от предполагаемой концентрации гидрокарбонатов. До достижения pH около 5 раствор кислоты добавляют быстро, далее добавляют по каплям и ожидают установления равновесия (30-90) с при (4,50±0,05) ед. pH. Регистрируют израсходованный объем раствора кислоты.

Повторяют титрование с такой же аликвотой пробы и, если расхождение между параллельными

титрованиями не превышает $0,05 \text{ см}^3$ при концентрации кислоты $0,02 \text{ моль/дм}^3$ и $0,1 \text{ см}^3$ при концентрации кислоты $0,05 \text{ моль/дм}^3$, за результат принимают среднее арифметическое значение объемов раствора кислоты.

При расходе на титрование менее $2,0 \text{ см}^3$ кислоты концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ титрование проводят заново, используя раствор кислоты концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$, или увеличивают объем аликвоты пробы.

Если при использовании бюретки вместимостью 10 см^3 на титрование пробы расходуется более 10 см^3 кислоты концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$, титрование проводят заново из бюретки вместимостью 25 см^3 .

12.1.2 Если pH пробы воды превышает $(8,30 \pm 0,05)$ ед. pH, проводят титрование медленно, добавляя раствор кислоты по каплям, и, по достижении $(8,30 \pm 0,05)$ ед. pH, регистрируют израсходованный объем раствора кислоты. Далее продолжают титрование до $(4,50 \pm 0,05)$ ед. pH и регистрируют общий израсходованный объем кислоты.

Повторяют титрование с такой же аликвотой пробы и, если расхождение между параллельными титрованиями не превышает $0,05 \text{ см}^3$ при концентрации кислоты $0,02 \text{ моль/дм}^3$ и $0,1 \text{ см}^3$ при концентрации кислоты $0,05 \text{ моль/дм}^3$, за результат принимают среднее значение объемов раствора кислоты.

Если расхождение объемов титранта между параллельными титрованиями больше указанных выше значений, рассчитывают массовую концентрацию гидрокарбонатов (п.13.1) для каждого параллельного титрования и оценивают приемлемость результатов измерений, сравнивая расхождение с пределом повторяемости r (п.13.3, таблица 3). В случае неприемлемости результатов измерений устанавливают и устраняют причины недопустимого расхождения.

12.2 Выполнение измерений по варианту 2

12.2.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят аликвоту пробы в соответствии с таблицей 2. Если требуется аликвота пробы менее 100 см^3 , добавляют к ней очищенную воду до 100 см^3 и 3-4 капли раствора фенолфталеина.

Появление розового окрашивания свидетельствует о присутствии в пробе карбонатов и возможном присутствии гидроксидов. Для их учёта к пробе добавляют по каплям раствор кислоты концентрацией $0,05 \text{ моль/дм}^3$ до исчезновения розового окрашивания. Регистрируют израсходованный объем раствора кислоты, добавляют 10 капель смешанного индикатора и продолжают титрование до появления малиновой окраски. После этого добавляют еще 5 или 10 см^3 раствора кислоты и регистрируют его общий объем ($V_{\text{кд}}$).

Образовавшийся в пробе CO_2 удаляют кипячением пробы в течение (3-5) мин и охлаждают пробу до комнатной температуры.

Если для удаления CO_2 используют очищенный воздух или инертный газ из баллона, продувают пробу (7-10) мин при подаче воздуха или инертного газа $(150-250) \text{ см}^3/\text{мин}$.

Выполняют титрование свободной от CO_2 пробы раствором буры до появления устойчивой зеленой окраски (не исчезающей в течение 1 мин). Используют бюретку вместимостью 5 см^3 или 10 см^3 , если в пробу было добавлено соответственно 5 или 10 см^3 кислоты. Титрование повторяют и, если расхождение в объемах раствора буры не превышает $0,1 \text{ см}^3$, за результат принимают среднее значение.

При выполнении титрования раствором буры должен быть исключен его контакт с воздухом во избежание поглощения CO_2 . Для этого склянка с раствором буры должна быть герметично соединена с бюреткой и закрыта пробкой с хлоркальцевой трубкой, заполненной аскаритом.

12.2.2 Если при добавлении фенолфталеина розовое окрашивание не появляется (т.е. карбонаты и гидроксиды в пробе отсутствуют), сразу добавляют смешанный индикатор и титруют пробу растворами соляной кислоты и буры, как описано выше.

При расхождении объемов титранта между параллельными титрованиями больше указанных выше значений рассчитывают массовую концентрацию гидрокарбонатов (п.13.2) для каждого параллельного титрования и оценивают приемлемость результатов измерений, сравнивая расхождение с пределом повторяемости r (п.13.3, таблица 3). В случае неприемлемости результатов измерений устанавливают и устраняют причины недопустимого расхождения.

13 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 При выполнении измерений по варианту 1 рассчитывают массовую концентрацию гидрокарбонатов в зависимости от величины pH анализируемой пробы.

Если pH пробы не превышает 8,3, массовую концентрацию гидрокарбонатов X , мг/дм³, находят по формуле:

$$X = \frac{61,02 \cdot V_{\text{к}} \cdot C_{\text{к}} \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

где $V_{\text{к}}$ - объем раствора кислоты, израсходованный на титрование пробы до $(4,50 \pm 0,05)$ ед. pH, см³;

$C_{\text{к}}$ - концентрация раствора кислоты, моль/дм³;

V - объем аликвоты пробы воды, взятый для титрования, см³;

61,02 - молярная масса эквивалента HCO_3^- , г/моль.

Если pH пробы превышает 8,3 (в пробе присутствуют и гидрокарбонаты, и карбонаты) массовую концентрацию гидрокарбонатов находят по формуле:

$$X = \frac{61,02 \cdot (V_{\text{к2}} - 2V_{\text{к1}}) \cdot C_{\text{к}} \cdot 1000}{V}, \quad (3)$$

где $V_{\text{к1}}$ - объем раствора кислоты, израсходованный на титрование пробы до $(8,30 \pm 0,05)$ ед. pH, см³;

$V_{\text{к2}}$ - суммарный объем раствора кислоты, израсходованный на титрование пробы до $(4,50 \pm 0,05)$ ед. pH, см³;

$C_{\text{к}}$ - концентрация раствора кислоты, моль/дм³;

V - объем аликвоты анализируемой пробы воды, взятый для титрования, см³;

61,02 - молярная масса эквивалента HCO_3^- , г/моль.

13.2 При выполнении измерений по варианту 2 массовую концентрацию гидрокарбонатов рассчитывают с учетом соотношения расхода кислоты на титрование до pH 8,3 и общего расхода кислоты. Если при добавлении фенолфталеина розовое окрашивание пробы не появляется, карбонаты и гидроксиды в ней отсутствуют. В этом случае массовую концентрацию гидрокарбонатов

X , мг/дм³, находят по формуле:

$$X = \frac{61,02 \cdot (V_{\text{кд}} \cdot C_{\text{к}} - 2V_{\text{б}} \cdot C_{\text{б}}) \cdot 1000}{V}, \quad (4)$$

где $V_{\text{кд}}$ - общий объем раствора кислоты, добавленный в пробу, см³;

$C_{\text{к}}$ - концентрация раствора кислоты, моль/дм³;

$V_{\text{б}}$ - объем раствора буры, израсходованный на титрование избытка кислоты, см³;

$C_{\text{б}}$ - концентрация раствора буры, моль/дм³;

V - объем аликвоты анализируемой пробы воды, взятый для титрования, см³;

61,02 - молярная масса эквивалента HCO_3^- , г/моль.

Если на титрование пробы до pH 4,5 расходуется больший объем раствора кислоты, чем до 8,3, в пробе присутствуют и гидрокарбонаты, и карбонаты. В этом случае массовую концентрацию гидрокарбонатов рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{61,02 \cdot ((V_{\text{о}} - 2 \cdot V_{\text{кф}}) \cdot C_{\text{к}} - 2V_{\text{б}} \cdot C_{\text{б}}) \cdot 1000}{V}, \quad (5)$$

где $V_{\text{о}}$ - общий объем раствора кислоты, прибавленный к пробе, см³;

$V_{\text{кф}}$ - объем раствора кислоты, пошедший на титрование пробы с фенолфталеином, см³.

13.3 За результат $X_{\text{ср}}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений X_1 и X_2 :

$$X_{\text{ср}} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (6)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq r, \quad (7)$$

где r - предел повторяемости (таблица 3).

Таблица 3 - Значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации гидрокарбонатов, мг/дм ³	Предел повторяемости r , %	Предел воспроизводимости R , %
Вариант 1 (потенциометрическое титрование)		
От 10,0 до 20,0 включ.	17	22
Св. 20,0 до 50,0 включ.	11	17

Св. 50,0 до 1200 включ.	6	11
Вариант 2 (обратное титрование)		
От 10,0 до 20,0 включ.	22	34
Св. 20,0 до 50,0 включ.	14	20
Св. 50,0 до 1200 включ.	8	14

При невыполнении условия (7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата согласно раздела 5 [ГОСТ Р ИСО 5725-6](#).

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (таблица 3). При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

14 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, представляется в виде:

$$(X_{cp} \pm \Delta) \text{ мг/дм}^3, P = 0,95,$$

где Δ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации гидрокарбонатов.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}. \quad (8)$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$(X_{cp} \pm \Delta_{л}) \text{ мг/дм}^3, P = 0,95,$$

при условии $\Delta_{л} < \Delta$,

где X_{cp} - результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

$\Delta_{л}$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности (таблица 1).

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

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

- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение).

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Оперативный контроль точности результатов измерений проводят с каждой партией проб, если измерения выполняются эпизодически, а также при необходимости подтверждения результатов анализа отдельных проб при получении нестандартного результата измерений. Периодичность оперативного контроля процедуры измерений, а также реализуемые алгоритмы контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Образцы для контроля готовят из стандартных образцов гидрокарбоната и дистиллированной воды, очищенной от CO_2 .

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лабораторий предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

15.1 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода разбавления

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_x с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = |2X'_{cp} - X_{cp}|, \quad (9)$$

где X'_{cp} - результат измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в разбавленной в 2 раза пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 13.3.

X_{cp} - результат измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 13.3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{4\Delta_{л, X'_{cp}}^2 + \Delta_{л, X_{cp}}^2}, \quad (10)$$

где $\Delta_{л, X'_{cp}}$, $\Delta_{л, X_{cp}}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации гидрокарбонатов в разбавленной пробе и в исходной пробе соответственно.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_{л} = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K. \quad (11)$$

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном

невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

15.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода добавок

Результат контрольной процедуры K_{κ} рассчитывают по формуле;

$$K_{\kappa} = | X'_{\text{ср}} - X_{\text{ср}} - C_{\partial} |, \quad (12)$$

где $X'_{\text{ср}}$ - результат измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в пробе с известной добавкой - среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 13.3;

$X_{\text{ср}}$ - результат измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 13.3;

C_{∂} - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\text{л}, X'_{\text{ср}}}^2 + \Delta_{\text{л}, X_{\text{ср}}}^2}, \quad (13)$$

где $\Delta_{\text{л}, X'_{\text{ср}}}$, $\Delta_{\text{л}, X_{\text{ср}}}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации гидрокарбонатов в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_{\text{л}} = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_{\kappa} \leq K. \quad (14)$$

При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

15.3 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_{κ} с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_{κ} рассчитывают по формуле:

$$K_{\kappa} = | X_{\text{ср}} - C |, \quad (15)$$

где $X_{\text{ср}}$ - результат измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в образце для контроля - среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (6) раздела 13.3;

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_d,$$

где $\pm \Delta_d$ - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_d = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K. \quad (16)$$

При невыполнении условия (16) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (16) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(обязательное)

Перекристаллизация буры

(20-25) г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды при нагревании не выше 60°C. Теплый раствор быстро отфильтровывают через складчатый бумажный фильтр "белая лента", непрерывно перемешивая фильтрат и охлаждая его в воде со льдом. Отсасывают раствор от выпавших кристаллов на стеклянном фильтре или воронке Бюхнера и сушат на воздухе в накрытой бумажным фильтром чашке выпарительной в течение 2 дней, периодически перемешивая палочкой.

Хранят перекристаллизованную соль в бюксе, помещенном в эксикатор со смоченным небольшим количеством воды бромидом натрия.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ

АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Центр метрологии и сертификации "СЕРТИМЕТ"
(Центр "СЕРТИМЕТ" АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ N 88-16207-018-RA.RU.310657-2017

Методика измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных и сточных вод титриметрическим методом,

разработанная ООО НПП "Акватест" (344022, Россия, г.Ростов-на-Дону, ул.Журавлева, д.44)

предназначенная для измерения показателей состава природных и сточных вод

и регламентированная в [ПНД Ф 14.1:2:3.99-97 \(издание 2017 г.\)](#) "Методика измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных и сточных вод титриметрическим методом", утвержденная в 2017 г., на 24 л.

Методика измерений аттестована в соответствии с [ФЗ N 102 от 26 июня 2008 г. "Об](#)

обеспечении единства измерений".

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства

22 июня 2017 г.

Начальник АХУ УрО РАН

Р.В.Зиновьев

Руководитель Центра "СЕРТИМЕТ" АХУ УрО РАН

Л.А.Игнатенкова

Россия. 620990, г.Екатеринбург, ул.Первомайская, 91

Тел./факс (343) 362-33-97

Лист 1 из 1

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству N 88-16207-018-RA.RU.310657-2017 об аттестации методики (метода) измерений

массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных и сточных вод титриметрическим методом на 1 листе
(обязательное)

Значение показателя точности измерений приведено в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазоны измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости, правильности

Диапазоны измерений массовой концентрации гидрокарбонатов, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (относительное средне-квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное средне-квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_c$, %
Вариант 1 (потенциометрическое титрование)				
От 10,0 до 20,0 включ.	25	6	8	19
Св. 20,0 до 50,0 включ.	21	4	6	17

Св. 50,0 до 1200 включ.	11	2	4	8
Вариант 2 (обратное титрование)				
От 10,0 до 20,0 включ.	25	8	12	8
Св. 20,0 до 50,0 включ.	15	5	7	6
Св. 50,0 до 1200 включ.	11	3	5	4

Руководитель Центра "СЕРТИМЕТ" АХУ УрО РАН

Л.А.Игнатенкова

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
рассылка

[ПНД Ф 14.1:2:3.99-97 Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных и сточных вод титриметрическим методом \(Издание 2017 года\) \(Источник: ИСС "ТЕХЭКСПЕРТ"\)](#)