ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ

Гидроксидтерді, карбонаттарды және гидрокарбонаттарды анықтау әдісі

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Метод определения гидроксидов, карбонатов и гидрокарбонатов

ҚР СТ 2726-2015

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ

Гидроксидтерді, карбонаттарды және гидрокарбонаттарды анықтау әдісі

ҚР СТ 2726-2015

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2015 жылғы 30 қарашадағы №253-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 5725-6:1994 «Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен прецизиондығы). 6-бөлім. Дәлдік мәндерін тәжірибеде пайдалану» халықаралық құжаттардағы талаптарды ескере отырып әзірленген.

Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасының 2004 жылғы 9 қарашадағы № 603-II Заңының, «Қазақстан Республикасының тілдері туралы» Қазақстан Республикасының 1997 жылғы 11 шілдедегі № 151-I Заңының, «Өлшем бірлігін қамтамасыз ету туралы» Қазақстан Республикасының 2000 жылғы 7 маусымдағы № 53-II Заңының талаптары іске асырылған

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2022 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілген өзгерістер туралы ақпарат жыл сайын басылып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық нұсқаулығында, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні - ай сайын басылып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық нұсқаулығында жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (ауыстырылған) немесе күші жойылған жағдайда тиісті ақпарат ай сайын жарияланатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық нұсқаулығында жарияланатын болады.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ

Гидроксидтерді, карбонаттарды және гидрокарбонаттарды анықтау әдісі

Енгізілген күні 2017-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт 0,10-нан 100 ммоль/дм^3 -ге дейінгі ауқымында су сілтілігін анықтайтын судағыаниондер, гидроксидтер, карбонаттар, бикарбонаттарды анықтаудың көлемдік әдісін белгілейді.

Стандарт ережелерін судың барлық түрлерінің сапасын бағалауда, сонымен қатар экологиялық және санитарлық-гигиеналық бақылау мақсатында [1], [2] қолданылады.

Осы стандарт ұйымдастырушылық-құқықтық құрылымы, ведомстволық бағыныстылығына және меншік нысанына қарамастан жеке және заңды тұлғалар үшін пайдалануға арналған.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін келесі анықтамалық нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ ISO 5667-1-2006 Судың сапасы. Сынамалардыіріктеу. 1-бөлім. Үлгілерді алу бағдарламаларын құрау бойынша нұсқаулар.

ҚР СТ ISO 5667-6-2008 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 6-бөлім. Өзендер мен бұлақтардың үлгілерін іріктеу жөніндегі нұсқау.

ҚР СТ ISO 5667-9-2013 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 9-бөлім. Теңіз суын іріктеу жөніндегі нұсқау.

ҚР СТ ISO 5667-10-2013 Судың сапасы. Сынамаларды іріктеу. 10-бөлім. Ағынды суларды іріктеу үшін нұсқау.

ҚР СТ ISO 5667-11- 2012 Судың сапасы. 11-бөлім. Сынамаларды іріктеу. Жер асты суларының сынамаларын іріктеу жөніндегі нұсқау.

ҚР СТ ИСО 9963-1-2008 Судыңсапасы. Сілтілікті анықтау. 1-бөлім: Жалпы және композициялық сілтілікті анықтау.

ҚР СТ ГОСТ Р 51592-2003 Су. Сынамаларды іріктеуге қойылатын жалпыталаптар.

ҚР СТ ГОСТ Р 51593-2003 Ауыз су.Сынамаларды іріктеу.

ГОСТ 8.135-2004 МӨЖ. Жұмыс эталоны 2-3 разрядты буферлік ерітінділерді дайындау үшін стандартты титрлеу. Техникалық және метрологиялық сипаттамалары. Оларды анықтау әдістері.

ГОСТ 12.0.004-90 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Оқыту қауіпсіздігін ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ12.1.004-91 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі.Өрт қауіпсіздігі. Жалпы талаптар.

ГОСТ12.1.005-88 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Жұмыс аймағындағы жалпы санитарлы-гигиеналы талаптар.

ГОСТ12.1.007-76 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Зиянды заттар. Жіктеу және жалпы қауіпсіздік талаптары.

ГОСТ 12.1.019-79 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Қорғау түрлерінің жалпы талаптары мен номенклатурасы.

ГОСТ12.4.009-83 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Объектілерді қорғауға арналған өрт техникасы.Негізгі түрлері. Орналастыру және қызмет көрсету.

ГОСТ 17.1.1.01-77 Табиғатты қорғаушылар. Гидросфера. Су пайдалану және қорғау. Негізгі терминдер мен анықтамалар.

ГОСТ 1770-74 Өлшенген шыны ыдыс зертханалық шыны. Цилиндр, үйірмелер, құтылар, пробиркалар. Жалпы сипаттамасы.

ГОСТ 3118-77 Реактивтер. Тұзқышқылы. Техникалықжағдайы.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы.Техникалық жағдайы.

ГОСТ 4517-87 Реактивтер. Талдауда пайдаланылатын қосалқы реагенттер мен ерітінділерді дайындаудың әдістері.

ГОСТ 4919.1-77 Реактивтержәнежоғарытазартылғанзаттар. Көрсеткіш ерітінділерін дайындау әдістері.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық жағдайы.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгі қағаз. Техникалықжағдайы.

ГОСТ 19179-78 Құрлық гидрологиясы.Терминдер мен анықтамалар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалықтаразылар. Жалпытехникалықталаптар.

ГОСТ 25336-82 Шыныдан жасалған зертханалық ыдыс пен жабдықтар. Түрлері, негізгі параметрлері мен өлшемдері.

ГОСТ 25794.1-83 Реактивтер. Қышқыл-негізді титрлеу үшін титрленген ерітінділерді дайындау әдістері.

ГОСТ 27065-86 Судыңсапасы. Терминдер мен анықтамалар.

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Зертханалық шыны ыдыс. Бекітілгентамшуырлар. 1-бөлім: Жалпы талаптар.

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84)Зертханалық шыны ыдыс. Бюреткалар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

РМГ 76-2004 Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесі. Сандық химиялық талдау нәтижелерінің ішкі сапасын бақылау.

Ескертпе- Осы стандартты пайдаланған кезде сілтеме стандарттар ағымдағы жылдағы жай-күйі бойынша жыл сайын басылып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық сілтемесі бойынша және ағымдағы жылда жарияланған тиісті ай сайын басылып шығарылатын ақпараттық сілтемелер бойыншатексерген дұрыс. Егер сілтеме құжат ауыстырылса (өзгертілсе), онда осы стандартты пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) стандартты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжат ауыстырусыз жойылса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемені қозғамайтын бөлікте қолданылады.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта терминдер мен анықтамалар ҚР СТ ISO 9963-1, ГОСТ 17.1.1.01, ГОСТ 19179 және ГОСТ 27065 сәйкес қолданылады.

4 Дәлдік көрсеткіштеріне қойылатын талаптар

Осы стандарт 1-кестеде көрсетілген өлшеу дәлдігінің көрсеткіштерінен аспайтын өлшеу нәтижелерін алуды қамтамасыз етеді.

1-кесте. Өлшеу дәлдігінің көрсеткіштері

Пайыз өлшемімен

Сіңтілікті өлшеу ауқымы, ммоль/дм3	Шеку		Дәлдік көрсеткіші, $\pm \delta$*
	қайталанылуы, r	қосылуы, R	
0,10 –нан 0,50 –ге дейін қоса алғанда.	28	34	25
0,50 –ден 5,00-ке дейін қоса алғанда	22	28	20
5,0 -тен 50,0-ге дейін қоса алғанда	17	23	15
50 -ден 100-ге дейін қоса алғанда	11	14	10
*бұл қамту коэффициенті к = 2 жәнесенімділік ықтималдығы шамамен 0,95 кезіндегі талдау нәтижесінің кеңейтілген белгісіздігіне сәйкес келеді.			

5 Өлшеу құралдары, қосалқы құрылғылар, материалдар, реактивтер және ерітінділер.

5.1 Өлшеулерді орындау кезінде мынадай өлшеу құралдары (бұдан әрі - ӨҚ) қосалқы құрылғылар, материалдар мен реактивтер пайдаланылады:

ГОСТ 24104 бойынша дәлдігі жоғары дәрежелі зертханалық таразылар .

Иономер рН –метр немесе *pH* бірлігінде максималды қателігі ± 0,05 болатын, 3-тен 10 рН бірлік аралығындағы ауқымда *pH* өлшеуді қамтамасыз ететінэлектродты жүйесіменүйлесетін кез келген түрдегі автоматты титратор.

Бюретка1-1-2-5-0,02; 1-1-2-10-0,02(0,05); 1-1-2-25-0,05(0,1) ГОСТ 29251 бойынша

Екінші сыныпты дәлдігімен бағаланған тамшуырлар ГОСТ 29227 бойынша

Құты 1-25(50, 100)-2. ГОСТ 1770 бойынша

Құрамында карбонаты бар су ерітіндісінің стандартты үлгілері, бикарбонат иондар немесе судың жалпы сіңтілігі.

Құты Кн-2-250 ШТСГОСТ 25336 бойынша

Шыны-1-100 (150) ШТСГОСТ25336бойынша

Пластик жабылған зертханалық магнитті араластырғышы бар магниттік араластырғыш

Сүзінді қағаз ГОСТ 12026 бойынша

Тазартылған су ГОСТ 6709 сәйкес,көміртегі диоксиді қосылмаған, ГОСТ 4517 (2.38) бойынша.

Күкірт қышқылы, хт, ГОСТ4204 сәйкес.

Күкірт қышқылы, стандарты-титр ГОСТ8.135бойынша

Тұз қышқылы, хт, ГОСТ3118 сәйкес.

Тұз қышқылы, стандарты-титр ГОСТ8.135бойынша

Метилді қызғылтГОСТ4919.1бойынша

Фенолфталеин ГОСТ4919.1бойынша

5.2. Басқа метрологиялық және техникалық сипаттамалары ұқсас немесе одан жоғары, оның ішінде импортты, керек-жарақтарды, материалдарды, реактивтерді және одан басқа ӨҚ пайдалануға болады.

6 Өлшеу әдісі

Карбонаттар (CO_3^{2-}) және көмірсутектер (HCO_3^-) судың табиғи сілтілігін анықтаудың құрамдас бөліктері болып табылады, суда олардың құрамы атмосферадағы көміртек қос тотығының (СО2), қоршаған әктас топырақ пен су организмдердің тыныс өмір процестеріне ағып суда орналасқан өзара іс-қимылдарының еру процесіне байланысты. Судағы ион гидроксиді (ОН) елеулі мөлшерде ағынды суларда немесе ластанған суларда болуы мүмкін.

Зерттелу судың OH^-, CO_3^{2-} және HCO_3^- құрамы визуалды немесе потенциометрлік баламалы нүкте бекітуге бар күшті қышқылдың титрлеу үлгісі шешу тізбегі: рН 8.3 (индикатор - фенолфталеина) және рН 4,5 (индикатор - метил қызғылт сары) негізінде анықталады.

рН 8,3 – ке дейін титрлеу барысында (H^+) сутегі иондары реакциясы бойынша ОН– и СО32 аниондары қатысады, рН 4,5 – ОН–, СО32– немесе НСО3–, дейін титрлеу барысында өлшеу келесі реакцияға негізделеді: $CO_3^{2-} + H^+ = HCO_3^-$; $OH^- + H^+ = H_2O$; $HCO_3^- + H^+ = CO_2 + H_2O$.

Боялған немесе лас суды зерттеу кезінде потенциометрлік титрлеуді пайдалану ұсынылады.

Зерттелетін судағы аниондар арасындағы сандық қатынас, рН өлшеміне байланысты және сілтілікке байланысты анықталады.

7 Қауіпсіздік талаптары, қоршаған органы қорғау

7.1 Өлшеу кезінде келесі талаптар орындалуы тиіс:

–химикаттармен жұмыс істеу кезіндегі қауіпсіздік шаралары, ГОСТ 12.1.007 сәйкес;

– электр қондырғыларында жұмыс істеу кезінде электр қауіпсіздігі, ГОСТ 12.1.019 сәйкес;

–қауіпсіздік ережелеріқолданылатын ӨҚ пайдалану құжаттамасында көрсетілген;

– зертханада жұмыс істейтін қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқаулары.

7.2 Зертхана бөлмесінде ГОСТ 12.1.004 сәйкес өрт қауіпсіздік талаптары және ГОСТ 12.4.009 сәйкес өрт сөндіру құралдары болуы керек.

Оқыту мекемесінің еңбекті қорғау бойынша ұйымдастыру шарасы ГОСТ12.0.004 сәйкес жүзеге асырылуы тиіс.

7.3 Жұмыс орнында ауадағы зиянды заттардың құрамыГОСТ 12.1.005 бойынша белгіленген нормалардан аспауы тиіс.

7.4 Қалдықтарды белгіленген тәртіппен кәдеге жарату керек.

8 Оператордың біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшеулерді орындау және олардың нәтижесін өңдеуді орындау үшін тиісті жоғары немесе арнайы орта химиялық білімі бар және химиялық зертханада жұмыс тәжірибесі бар, оқыту процесінде талдау әдісін жетік меңгерген және оң нәтижемен өлшеу дәлдігін бақылау рәсімдерінен өткен мамандар жіберіледі.

9 Өлшеу жағдайларына қойылатын талаптар

Зертханада өлшеуді орындау кезінде қоршаған ортаның келесідей жағдайын сақтайды:

– ауа температурасы (20±5) ºС;

- атмосфералық қысым 84,0 –ден 106,7 кПа дейін;
- ауа ылғалдылығы температура 25 ° С кезінде 80% көп емес

10 Өлшеуді орындауға дайындық

10.1 Титрленген ерітінділерді дайындау

Өлшеуді орындау үшін молярлық концентрациясы *c*(½H2SO4) немесе *c*(HCl), 0,1 моль/дм^3 немесе 0,05 моль/дм^3 тең күкірт қышқылының немесе тұз қышқылыныңтитрленген ерітіндісін (бұдан әрі- титран) пайдаланады.

Молярлық концентрациясы0,1 моль/дм^{3}қышқыл ерітіндісін ГОСТ 25794,1 сәйкес концентратталған қышқылдан немесе оны пайдалану бойынша нұсқаулыққа сәйкес стандарт - титрдан дайындайды.

Молярлық концентрациясы 0,05 моль/дм^{3}қышқыл ерітіндісін молярлық концентрациясы 0,1 моль/дм^{3}қышқыл ерітіндісін сәйкес араластыру арқылы дайындайды.

Ескертпе - автоматты титратор түрін пайдаланған кезде титрленген ерітінділер ӨҚ пайдалану құжаттамаларына енгізілген ұсынымдар/ нұсқауларға сәйкес дайындалады.

10.2 Индикатор ерітіндісін дайындау

10.2.1.Метилді қызғылт индикатор, ГОСТ 4919.1 сәйкес (24,1-кесте)

10.2.2. Фенолфталеин көрсеткішіГОСТ 4919.1 сәйкес дайындалады. (39, 1-кесте) .

10.3 Аспаптарды дайындау

Өлшеу құралдарын, өлшенетін және қосалқы электродтарды дайындау олардың пайдалану құжаттамасына талаптарына сәйкес жүзеге асырылады.

Құралды калибрлеу ГОСТ 8.135 сәйкес стандартты-титрден дайындалған буферлі ерітіндісімен,оларды қолдану нұсқаулықтарына сәйкес жүзеге асырылады.

Ескертпе –Автоматты типтегі титратор түрін пайдаланған кезде буферлік ерітінділер ӨҚ пайдалану құжаттамасының жиынтығына кіретін ұсынымдар/ нұсқауларға сәйкес дайындалады.

11 Сынамаларды іріктеу

11.1 Сынамаларды су түріне байланысты келесі ҚР СТ ISO 5667-1, ҚР СТ ISO 5667-6, ҚР СТ ISO 5667-9, ҚР СТ ISO 5667-10, ҚР СТ ISO5667-11, ҚР СТ ГОСТ Р 51592, ҚР СТ ГОСТ Р 51593 бойынша немесе басқа да нормативтік құжаттар бойынша іріктейді.

11.2 Сынамаларды пластмассадан немесе шыны ыдыстан жасалған ыдыстарға іріктейді.

11.3 Сынамаларды іріктегеннен кейін мүмкіндігінше тезірек талдайды және консервілемейді. Ал егерсынамаларды іріктеуден кейін үлгілерді талдау 6 сағаттан кейін жүргізілсе, онда үлгі 2°С -ден 5°С -ке дейінгі температурада сақталатын болады, дегенмен де сынаманың жарамдылық мерзімі 24 сағаттан артық емес болып табылады.

12 Өлшеулерді орындау тәртібі

12.1 Титрлеуге арналған сынама және титрант концентрациясы көлемін 2-кестеде көрсетілгендей зерттелетін судың болжанатын сілтілігіне байланысты таңдауға кеңес беріледі.

2-кесте

Көрсеткіш	Болжамды су сілтілігі, ммоль/дм^3, қоса алғанда		
	0,1 -ден 5,0 -ке дейін	5,0-тен артық 10,0 –ға дейін	10 –дан артық 20 -ға дейін
Сынама көлемі, см^3	100	100	50
Титрант молярлық концентрациясы, моль/дм^3	0,05	0,1	0,1

Егер зерттелетін судың болжанатын сілтілігіне 20 ммоль/дм^3 немесе сынаманы титрлеуге бюреткадағы титранттың жартысынан көп мөлшері шығындалатын болса, онда құрамында 10 реттен аспайтын көмірқышқыл газы бар тазартылған сумен араластыру ұсынылады, мұнда өлшеу үшін сынама көлемін 50 см^3 немесе100 см^3 көлемге дейін жеткізеді, есептеу кезінде сынама араластыру деңгейін ескереді.

Ескертпе -Автоматты типтегі титратор түрін пайдаланған кезде талданатын сынама көлемін ӨҚ пайдалану құжаттамасының жиынтығына кіретін ұсынымдар/ нұсқауларға сәйкес дайындалады.

12.2 Көзбен титрлеу

50-100 см^{3}сынаманы титрлеуге арналған арнайы ыдысқа орналастырады, фенолфталеин ерітіндісінің 2-3 тамшысын қосады және қызғылт түстің жоғалуына дейін титрлейді, титрлеу үшін жұмсалған V_1 титрант санын белгілейді. Егер сынама фенолфталеинді қосқан кезде қызғылт түс пайда болмаса, V_1=0 см^3 қабылдайды.

Ерітіндінің түсі сарыдан қызғылт түске өзгергеніне дейін, метилді қызғылт ерітіндісінің 2-3 тамшысын қосып үлгіні титрлеуді жалғастырады, титрлеу үшін жұмсалатын V_2 титрантының санын тіркейді.

Ескертпе -V_2 - фенолфталеин және метил қызғылт титрлеу үшін тұтынылатын қышқыл ерітіндісінің жалпы көлемі.

12.3 Потенциометрлік титрлеу

50-100 см^3 үлгіні титрлеуге арналған магниттік араластырғышқа орнатылған арнайы ыдысқа орналастырады, магниттік араластырғыш, электродтарды салады және араластырғышты қосады (араластыру жылдамдығын су қозғалысы баяу байқалатындай таңдайды). Бюретканың ұшы ерітіндінің беткі қабатына мүмкіндігінше жақын төмендетіледі және келесі титрлеуді орындайды: баламалы нүктесіне жеткен кездегі см3 и V_2, см^3 тиісінше V_1 титрантының көлемін тіркейді pH 8,3 және pH 4,5.

Егер сынама бастапқы мән pH тең немесе 8,3 кем болса, онда V_1=0 см^3 қолданылады.

Ескертпе -Автоматты типтегі титратор түрін пайдаланған кезде өлшеулерді ӨҚ пайдалану құжаттамасының жиынтығына кіретін ұсынымдар/ нұсқауларға сәйкес дайындалады

Титрлеудің баламалы нүктесін тіркеу ҚӨ қолданылу түріне байланысты.

13 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

13.1 Талданған сынаманың баламалы нүктесіне дейін титрленуіне кеткен қышқыл мөлшеріне сәйкес зерттелу барысындағы судың сілтілігі анықталады.

а) $A_р$, ммоль/дм^{3}композиттік сілтілікті келесі формуламен анықтайды:

$$A_p = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V}, \quad (1)$$

мұнда V_1– қышқыл ерітіндісінің титрлеу үшін жұмсалған pH 8,3 дейін (немесе фенолфталеин бойынша),см^3 көлемі .

с – титранның нақты молярлық концентрациясы, моль/дм^3;

1000 – өлшем бірліктерінің қайта есептеу коэффициенті;

V – титрлеуге алынған талданған сынаманың көлемі, см^3;

б) V_1=0 см^3 – Зерттелу барысындағы суда OH^- және CO_3^{2-}, жоқтығын көрсетеді, композиттік сілтілігін $A_р$ өлшеу нәтижелері, оған тең немесе 0,100 ммоль/дм3 кем , әдісті анықтайтын төменгі шегіне сәйкес болып табылады.

в) Жалпы сілтілікті $A_г$, ммоль/дм^3, келесі формуламен анықталады:

$$A_г = \frac{V_2 \cdot c \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

мұнда V_1 – қышқыл ерітіндісінің титрлеу үшін жұмсалған pH 4,5 дейін (немесе метил қызғылт бойынша),см^3 көлемі .

13.2 Талданатын сынаманың құрамындағы аниондар, гидроксидтер, карбонаттар, Х бикарбонаттары 3-кестеге сәйкес олардың арасындағы сандық коэффициенттерге, сілтілікке және зерттеу бойынша су pH байланысы анықталады.

3- кесте

Сынаманың $A_р$ және $A_г$, ммоль/дм^3 арасындағы қатынасы	Аниондардың шоғырлануы					
	X_{OH^-}		$X_{CO_3^{2-}}$		$X_{CO_3^{2-}}$	
	ммоль/дм^3	мг/дм^3	ммоль/дм^3	мг/дм^3	ммоль/дм^3	мг/дм^3
$A_р \leq 0,1$	болмауы		болмауы		$A_г$	$61A_г$
$A_р < ½A_г$	«		$2A_р$	$60A_р$	$A_р - 2A_г$	$61(A_р - 2A_г)$
$A_р = ½A_г$	«		$2A_р$	$60A_р$	болмауы	
$A_р > ½A_г$	$2A_р - A_г$	$17(2A_р - A_г)$	$2(A_г - A_р)$	$60(A_г - A_р)$	«	
$A_р = A_г$	$A_г$	$17A_г$	болмауы		«	

Ммоль/дм^{3}немесе мг/дм^3- ден өлшеу нәтижелерін қайта есептеу кезінде, иондардың баламалы массасының сандық мәндері пайдаланылады: 17, 60 және 61 –гидроксид-, карбонат-және сәйкесінше гидрокарбонат-анионы.

Зерттелетін су құрамында анықталатын аниондар болмаған жағдайда өлшеу нәтижелері тиісті анионның баламалы салмағы ретінде 0,100 ммоль/дм^{3}тең немесе кем немесе мг/дм^{3}болып табылады.

Массалық ион концентрациясын есептеу үшін ҚР СТ ИСО 9963-1 сәйкес өлшенген сілтіліктің сандық мәнін қолдану рұқсат етіледі.

14 Өлшеу нәтижелерін ұсыну нысаны

$\overline{X}$ өлшеу нәтижесі ретінде екі параллель өлшем нәтижелерінің X_1 және X_2 орташа арифметикалық мәні қолданылады.

Олардың пайдаланылуы көзделетін құжаттарда өлшеу нәтижелері мына түрінде болып табылады:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ ммоль/дм}^3 \text{ (мг/дм}^3\text{)} \quad (3)$$

немесе

$$\overline{X} \pm U, \text{ ммоль/дм}^3 \text{ (мг/дм}^3\text{)}, \quad (4)$$

мұндаΔ - сенім деңгейіндегі өлшеудің абсолюттік қателігі Р = 0,95,ммоль/дм^3 (мг/дм^3).

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \quad (5)$$

мұнда δ – сенім деңгейіндегі өлшеудің абсолюттік қателігі Р = 0,95, 1 –кесте бойынша, %;

U -сенімділік деңгейі 0,95, ммоль/дм^3(мг/дм^3) үшін өлшеу нәтижесінің кеңейтілген белгісіздігі.

15 Өлшеу нәтижелерінің дәлдігін бақылау

15.1 Өлшеу нәтижелерінің дәлдігін бақылау РМГ 76 талаптарына сәйкес осы стандартпен белгіленген дәлдік көрсеткіші бойынша жүзеге асырылады.

15.2 Қайталанудың жедел бақылауын әрбір жұмыс сынамасының өлшеу нәтижесін алған кезде жүзеге асырылады.

Екі паралельді өлшеу X_1және X_2 нәтижелері үшін қайталану жағдайында жұмыс үлгісін талдау барысында алынған бақылау рәсімдерінің нәтижесін $r_к$ стандартты жедел бақылауымен салыстырады, r қайталануы шегі 1-кесте бойынша, %, жәнекелесі жағдай орындалғанда қанағаттанарлық деп танылады.

$$r_к = |X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \overline{X}, \quad (6)$$

Нәтижелері қанағаттанғысыз болса бақылау процедурасын қайталайды, ал егер бақылау нормативінен қайта асып кеткен жағдайда сәйкессіздіктердің себептерін анықтайды және жояды.

15.3 Жедел бақылауды жұмыс үлгісін пайдалану арқылы жүзеге асырылады. Өлшеу нәтижесі $\overline{\overline{X}}$ ретінде жедел қосылу жағдайында жүзеге асқан екі өлшем нәтижесінің $\overline{X}_1$ және $\overline{X}_2$, орташа арифметикалық өлшемі алынады.Бақылау рәсімдерінің нәтижесін $R_к$

стандартты жедел бақылаумен салыстырады - жаңғырғыштық шегі R және 1-кесте бойынша, %, және келесі шарт орындалған жағдайда қанағаттанарлық деп танылады:

$$R_к = |X_1 - X_2| \leq 0{,}01 \cdot R_л \cdot \overline{X} \qquad (7)$$

Нәтижелері қанағаттанғысыз болса бақылау процедурасын қайталайды, ал егер бақылау нормативінен қайта асып кеткен жағдайда сәйкессіздіктердің себептерін анықтайды және жояды.

15.4 Дәлдікті оперативті бақылауды сынамалар ретінде стандарттық үлгілер (СҮ) қолданылып жүзеге асырылады.

Бақылау процедурасының нәтижесі$\Delta_к$ жедел басқару нормативімен салыстырылады - δ дәлдік деңгейі 1-кесте бойынша, % және келесі шарт орындалғанда қанағаттанарлық деп танылады.

$$\Delta_к = |X - C_{CO}| \leq 0{,}01 \cdot \delta \cdot C_{CO}, \qquad (8)$$

мұнда C_{CO} – СҮаттестатталған сипаттамамәні,ммоль/дм^3 (мг/дм^3).

Нәтижелері қанағаттанғысыз болса бақылау процедурасын қайталайды, ал егер бақылау нормативінен қайта асып кеткен жағдайда сәйкессіздіктердің себептерін анықтайды және жояды.

Библиография

[1] «Қазақстан Республикасының Экологиялық кодексі» Қазақстан Республикасының 2007 жылғы 9 қаңтардағы № 212-III Кодексі (06.15.2015 ж. өзгерістер мен толықтыруларымен).

[2] Санитарлық ереже «Су көздеріне, тұрмыстық ауыз су мақсатында орналасқан су орындарына, ауыз сумен жабдықтау және мәдени-тұрмыстық су пайдалану орындары мен су қорғау объектілеріне қойылатын санитарлық - эпидемиологиялық талаптар» Қазақстан Республикасының Ұлттық экономика министрінің 2015 жылғы 15 наурыздағы №209 бұйрығымен бекітілген.

ӘОЖ 502.3:006.354 **МСЖ 13.040**

Түйін сөздер: су сапасы, сандық әдіс, гидроксидтерді, карбонаттарды, гидрокарбонаттарды анықтау, экологиялық бақылау, санитарлық-гигиеналық бақылау



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Метод определения гидроксидов, карбонатов и гидрокарбонатов

СТ РК 2726-2015

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан от 30 ноября 2015 г. № 253-од

3 Настоящий стандарт разработан с учетом требований международных документов ISO 5725-6:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

В настоящем стандарте реализованы положения Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» № 603-II от 9 ноября 2004 года, Закона Республики Казахстан «Об обеспечении единства измерений» № 53-II от 7 июня 2000 года, Закона Республики Казахстан «О языках в Республике Казахстан» № 151-I от 11 июля 1997 года.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2022 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Метод определения гидроксидов, карбонатов и гидрокарбонатов

Дата введения 2017-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения в воде анионов гидроксидов, карбонатов, гидрокарбонатов, определяющих щелочность воды в диапазоне от 0,10 до 100 ммоль/ $дм^3$.

Положения стандарта применяют для оценки качества всех типов вод, в том числе для целей экологического и санитарно-гигиенического контроля [1], [2].

Настоящий стандарт предназначен для физических и юридических лиц, независимо от их организационно-правовой структуры, ведомственной принадлежности и формы собственности.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК ISO5667-1-2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ отбора проб.

СТ РК ISO5667-6-2008 Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и ручьев.

СТ РК ISO5667-9-2013 Качество воды. Отбор проб. Часть 9 Руководство по отбору проб морской воды.

СТ РК ISO5667-10-2013 Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководство по отбору сточных вод.

СТ РК ISO5667-11-2012 Качество воды. Часть 11. Отбор проб. Руководство по отбору проб грунтовых вод.

СТ РК ISO9963-1-2008 Качество воды. Определение щелочности. Часть 1: Определение общей и композиционной щелочности.

СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

СТ РК ГОСТ Р 51593-2003 Вода питьевая. Отбор проб.

ГОСТ 8.135-2004 ГСИ. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения.

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 17.1.1.01-77 Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

ГОСТ 4919.1-77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 19179-78 Гидрология суши, Термины и определения.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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 27065-86 Качество вод. Термины и определения.

ГОСТ 29227-91 (ISO835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 (ISO385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

РМГ 76-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом 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.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины и определения поСТ РК ISO9963-1,ГОСТ 17.1.1.01, ГОСТ 19179, ГОСТ 27065.

4 Требования к показателям точности

Настоящий стандарт обеспечивает получение результатов измерений с показателями точности, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Показатели точности измерений

В процентах

Диапазон измерений щелочности, ммоль/дм^3	Предел		Показатель точности, ± δ*
	повторяемости, r	воспроизводимости, R	
От 0,10 до 0,50 включ.	28	34	25
св. 0,50 до 5,00 включ.	22	28	20
св. 5,0 до 50,0 включ.	17	23	15
св. 50 до 100 включ.	11	14	10

* соответствует расширенной неопределенности результатов анализа при коэффициенте охвата k=2 и уровне доверительной вероятности, примерно, 0,95.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

5.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (далее - СИ), вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ 24104.

Иономер, pH-метр или автоматический титратор любого типа с совместимой электродной системой, обеспечивающий измерения *pH* в диапазоне от 3 до 10 единиц *pH* с допускаемой погрешностью не более ± 0,05 единицы *pH*.

Бюретка 1-1-2-5-0,02; 1-1-2-10-0,02(0,05); 1-1-2-25-0,05(0,1) по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные второго класса точности по ГОСТ 29227.

Колба 1-25(50, 100)-2 по ГОСТ 1770.

Стандартные образцы водного раствора состава карбонат-, гидрокарбонат-ионов или общей щёлочности воды.

Колба Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-100 (150) ТХС по ГОСТ 25336.

Магнитная мешалка лабораторная с магнитным мешателем, покрытым пластиком.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая углекислоты, по ГОСТ 4517 (2.38).

Кислота серная, хч, по ГОСТ 4204.

Кислота серная, стандарт-титр по ГОСТ 8.135.

Кислота соляная, хч, по ГОСТ 3118.

Кислота соляная, стандарт-титр по ГОСТ 8.135.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 4919.1.

Фенолфталеин по ГОСТ 4919.1.

5.2 Допускается использование других СИ, вспомогательного оборудования, материалов, реактивов и растворов, в том числе импортных, имеющих аналогичные или более высокие метрологические и технические характеристики.

6 Метод измерений

Карбонаты (CO_3^{2-}) и гидрокарбонаты (HCO_3^-) представляют собой компоненты, определяющие природную щелочность воды, их содержание в воде обусловлено

процессами растворения атмосферного диоксида углерода (CO_2), взаимодействия воды с находящимися в прилегающих грунтах известняками и протекающими в воде жизненными процессами дыхания всех водных организмов. Присутствие в воде свободных гидроксид-ионов (OH^-) в заметных количествах возможно только в сточных или загрязненных водах.

Содержание в исследуемой воде OH^-, CO_3^{2-} и HCO_3^- определяют последовательным титрованием пробы раствором сильной кислотысвизуальным или потенциометрическим фиксированиемэквивалентных точек титрования: pH 8,3 (индикатор - фенолфталеин) и pH 4,5 (индикатор - метиловый оранжевый).

При титровании до pH 8,3 в реакции с ионами водорода (H^+) участвуют анионы OH^- и CO_3^{2-}, а при титровании до pH 4,5 – OH^-, CO_3^{2-} и HCO_3^-; измерение основано на реакциях: $CO_3^{2-} + H^+ = HCO_3^-$; $OH^- + H^+ = H_2O$; $HCO_3^- + H^+ = CO_2 + H_2O$.

При исследованиях окрашенных или мутных вод рекомендуется применять потенциометрическое титрование.

Количественное соотношение между анионами в исследуемой воде зависит от величины pH и определяется щелочностью.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1При выполнении измерений необходимо соблюдать требования:

- техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
- правила по технике безопасности, указанные в эксплуатационной документации на применяемые СИ;
- инструкцию по технике безопасности, действующую в лаборатории.

7.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Организация обучения работающих безопасности труда должна производиться по ГОСТ 12.0.004.

7.3 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.005.

7.4 Отработанные растворы подлежат утилизации в установленном порядке.

8 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод анализа в процессе тренировки и прошедший процедуры контроля точности измерений с положительным результатом.

9 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха (20±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление титрованных растворов

Для выполнения измерений применют титрованные растворысерной кислоты или соляной кислоты (далее - титрант) с молярными концентрациями $c(½H_2SO_4)$ или $c(HCl)$,равными 0,1 или 0,05 моль/дм^3.

Раствор кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 готовят из концентрированной кислотыв соответствии сГОСТ 25794.1 илииз стандарт-титрасогласно инструкции по его применению.

Раствор кислоты молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 готовят соответствующим разведениемраствора кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Примечание – Прииспользовании титратора автоматического типа титрованные растворы готовят согласноинструкциям/рекомендациям, входящим в комплект эксплуатационной документации СИ.

10.2 Приготовление растворов индикаторов

10.2.1 Метиловый оранжевый, индикатор, готовят по ГОСТ 4919.1 (24, Таблица 1).

10.2.2 Фенолфталеин, индикатор, готовят по ГОСТ 4919.1 (39, Таблица 1).

10.3 Подготовка приборов

Подготовку к измерениям приборов, измерительного и вспомогательного электродов проводят в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

Градуировку прибора проводят по буферным растворам, приготовленным из стандарт-титров по ГОСТ 8.135 в соответствии с инструкций по их применению.

Примечание- При использовании титратора автоматического типа буферные растворы готовят согласно инструкциям/рекомендациям, входящим в комплект эксплуатационной документации СИ.

11 Отбор проб

11.1 Пробу отбирают в зависимости от типа воды поСТ РК ISO5667-1, СТ РК ISO5667-6, СТ РК ISO5667-9, СТ РК ISO5667-10, СТ РК ISO5667-11, СТ РК ГОСТ Р 51592, СТ РК ГОСТ Р 51593 или другим нормативным документам.

11.2 Пробу отбирают в емкости из полимерных материалов или стекла.

11.3 Пробу не консервируют и анализируют как можно скорее после отбора. Если анализ пробы воды проводят позднее чем через 6 ч после отбора, то пробу хранят при температуре от 2 °С до 5 °С, при этом срок хранения пробы не более 24 ч.

12 Порядок выполнения измерений

12.1 Объем анализируемой пробы для титрования и концентрациютитранта рекомендуется выбирать в зависимости от предполагаемой щелочности исследуемой воды согласно таблице 2.

Таблица 2

Показатель	Предполагаемая щелочность воды, ммоль/дм^3, включительно		
	от 0,1 до 5,0	св. 5,0 до 10,0	св. 10 до 20
Объем пробы, см^3	100	100	50
Молярная концентрация титранта, моль/дм^3	0,05	0,1	0,1

Если предполагаемая щелочность исследуемой воды свыше 20 ммоль/дм^3 или на титрование пробы затрачивается титранта более половины вместимости бюретки, рекомендуется разведение пробы дистиллированной водой, не содержащей углекислоты, но не более, чем в 10 раз, при этом объем пробы к измерению доводят до объема 50 см^3 или 100 см^3 и при расчетах учитывают степень разведения пробы.

Примечание- При использовании титратора автоматического типа объем анализируемой пробы выбирают согласно инструкциям/рекомендациям, входящим в комплект эксплуатационной документации СИ.

12.2Визуальное титрование

Помещают 50-100 см^3 пробыв сосуд для титрования, добавляют 2-3 капли раствора фенолфталеина и титруют до исчезновения розовой окраски, фиксируют количество титранта V_1, израсходованного на титрование. Если при добавлении к пробе фенолфталеина не образуется розовая окраска, принимаютV_1=0 см^3.

Продолжают титрование пробы с добавлением 2-3 капель метилового оранжевого до перехода окраски раствора из желтой в оранжевую, фиксируют количество титранта V_2, израсходованного на титрование.

Примечание -V_2 - суммарный объем раствора кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым.

12.3 Потенциометрическое титрование

Помещают50-100 см^3 пробы в сосуд для титрования, установленный на магнитную мешалку, опускают магнитный мешатель, электроды и включают мешалку (скорость перемешивания подбирают такой, при которой водоворот едва заметен).Наконечник бюретки опускают как можно ближе к поверхности раствора и выполняют титрование; при достижении эквивалентныхточек*pH*8,3 и *pH* 4,5 регистрируют объемы титранта V_1, см^3 и V_2, см^3 соответственно.

Если проба имеет исходное значение pH равное или меньше8,3, принимают V_1=0 см^3.

Примечание - При использовании титратора автоматического типа измерения проводят в соответствии с инструкциями/рекомендациями, входящими в комплект эксплуатационной документации СИ.

Способ регистрации эквивалентных точек титрования зависит от типа применяемого СИ.

13 Обработка результатов измерений

13.1 По количеству кислоты, израсходованной на титрование анализируемой пробы до эквивалентной точки, определяется щелочность исследуемой воды

а)Композиционную щелочность A_p, ммоль/дм^3, определяют по формуле:

$$A_p = \frac{V_1 \cdot c \cdot 1000}{V}, \quad (1)$$

где V_1 – объем раствора кислоты, израсходованный на титрование до pH 8,3 (или по фенолфталеину), см^3;

c – точная молярная концентрация титранта, моль/дм^3;

1000 – коэффициент пересчета единиц измерений;

V – объём анализируемой пробы, взятый для титрования, см^3;

б) V_1=0 см^3 - свидетельствует об отсутствии в исследуемой воде OH^- и CO_3^{2-}, результат измерений композиционной щелочности A_p представляют, как равный или меньше 0,100 ммоль/дм^3, что соответствует нижнему пределу обнаружения метода.

в) Общую щелочность A_r, ммоль/дм^3, определяют по формуле:

$$A_r = \frac{V_2 \cdot c \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

где V_2 – объем раствора кислоты, израсходованный на титрование до pH 4,5 (или по метиловому оранжевому).

13.2 Содержание в анализируемой пробе анионов гидроксидов, карбонатов, гидрокарбонатов X определяют в соответствии с таблицей3, исходя из количественных соотношений между ними и в зависимости от щелочности и pH исследуемой воды.

Таблица 3

Соотношение в пробе между A_p и A_r, ммоль/дм^3	Концентрация аниона					
	X_{OH^-}		$X_{CO_3^{2-}}$		$X_{CO_3^{2-}}$	
	ммоль/дм^3	мг/дм^3	ммоль/дм^3	мг/дм^3	ммоль/дм^3	мг/дм^3
$A_p \leq 0,1$	отсутствие		отсутствие		A_r	$61A_r$
$A_p < ½A_r$	«		$2A_p$	$60A_p$	$A_p - 2A_r$	$61(A_p - 2A_r)$
$A_p = ½A_r$	«		$2A_p$	$60A_p$	отсутствие	
$A_p > ½A_r$	$2A_p - A_r$	$17(2A_p - A_r)$	$2(A_r - A_p)$	$60(A_r - A_p)$	«	
$A_p = A_r$	A_r	$17A_r$	отсутствие		«	

При пересчете результата измерений из ммоль/дм^3 в мг/дм^3, используют численные значения эквивалентных масс анионов: 17, 60 и 61 –гидроксид-, карбонат- и гидрокарбонат-аниона соответственно.

При отсутствии в исследуемой воде определяемого аниона результат измерений представляют, как равный или меньше 0,100 ммоль/дм^3 или в мг/дм^{3}с учетом эквивалентной массы соответствующего аниона.

Для вычисления массовых концентраций анионов допускается использовать численные значения щелочности, измеренные по СТ РК ISO9963-1.

14 Форма представления результатов измерений

За результат измерений $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое значение из результатов двух параллельных измерений X_1 и X_2.

Результаты измерений в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ ммоль/дм}^3 \text{ (мг/дм}^3\text{)} \quad (3)$$

или

$$\overline{X} \pm U, \text{ ммоль/дм}^3 \text{ (мг/дм}^3\text{)}, \quad (4)$$

где Δ - абсолютная погрешность измерений при доверительной вероятности P = 0,95,ммоль/дм^3(мг/дм^3).

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \quad (5)$$

где δ – относительная погрешность измерений при доверительной вероятности P = 0,95, по Таблице 1, %;

U - расширенная неопределенность результата измерения для уровня доверия, примерно, 0,95, ммоль/дм^3(мг/дм^3).

15 Контроль точности результатов измерений

15.1 Контроль точности результатов измерений осуществляют по установленным настоящим стандартом показателям точности в соответствии с требованиями РМГ 76.

15.2 Оперативный контроль повторяемости проводят при получении каждого результата измерений рабочих проб.

Результат контрольной процедуры $r_к$ для двух результатов параллельных измерений X_1 и X_2, полученных при анализе рабочей пробы в условиях повторяемости, сравнивают с нормативом оперативного контроля – пределом повторяемости r по таблице 1, %, и признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$r_к = |X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot \overline{X}, \quad (6)$$

При неудовлетворительных результатах контрольную процедуру повторяют, при повторном превышении норматива контроля выясняют и устраняют причины несоответствий.

15.3Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб. За результат измерений $\overline{\overline{X}}$ принимают среднее арифметическое двух результатов измерений $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$, выполненных в условиях воспроизводимости. Результат

контрольной процедуры $R_к$ сравнивают с нормативом оперативного контроля – пределомвоспроизводимостиR по Таблице 1, %,и признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$R_к = |\overline{X_1} - \overline{X_2}| \le 0{,}01 \cdot R_д \cdot \overline{\overline{X}} . \quad (7)$$

При неудовлетворительных результатах контрольную процедуру повторяют, при повторном превышении норматива контроля выясняют и устраняют причины несоответствий.

15.4 Оперативный контроль точности проводят с использованием в качестве образцов для контроля стандартных образцов (СО).

Результат контрольной процедуры $\Delta_к$ сравнивают с нормативом оперативного контроля - показателем точности δ по Таблице 1, %, и признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$\Delta_к = |X - C_{CO}| \le 0{,}01 \cdot \delta C_{CO}, \quad (8)$$

где C_{CO}- значение аттестованной характеристики СО, ммоль/дм^3 (мг/дм^3).

При неудовлетворительных результатах контрольную процедуру повторяют, при повторном превышении норматива контроля выясняют и устраняют причины несоответствий.

Библиография

[1] Кодекс Республики Казахстан от 9 января 2007 года № 212-III «Экологический кодекс Республики Казахстан» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 15.06.2015 г.).

[2] Санитарные правила «Санитарно-эпидемиологические требования к водоисточникам, местам водозабора для хозяйственно-питьевых целей, хозяйственно-питьевому водоснабжению и местам культурно-бытового водопользования и безопасности водных объектов», утвержденные Приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от 16 марта 2015 года № 209.

УДК 502.3:006.354 **МКС 13.040**

Ключевые слова: качество воды, количественный метод, определение гидроксидов, карбонатов, гидрокарбонатов, экологический контроль, санитарно-гигиенический контроль

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru