ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

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

ПНД Ф 14.1:2:3.99-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(Издание 2017 г)

gost.e-ecolog.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/дм^3 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 № 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 серноватистокислый (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.

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; 37мм (0,45мкм).

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 pX-150МИ, pX-150.1МИ и pX-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, приведённых 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), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), ±δ_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°С и диапазоном измеряемых температур от 0 °С до 100 °С	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 ±1%	ГСО 8403-2003
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8, СВ-34/10, СВ-45/13	ГОСТ 25336
Стаканы химические низкие или стаканы полипропиленовые вместимостью 100 и 150 $см^3$ (для измерений по варианту 1)	ГОСТ 25336
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 № 1, 2	ГОСТ 9147
Ступка № 2	ГОСТ 9147
Чашка выпарительная № 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 $см^3$	ГОСТ 25336
Склянка для промывания газов СН исполнения 1 вместимостью 100 $см^3$	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 $см^3$	
Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 250, 500, 1000 $см^3$	
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)	
Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Шкаф сушильный общелабораторного назначения с температурой нагрева до 130°С	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) °С	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 или кислота соляная	ТУ 2642-581-00205087 ГОСТ 3118
Натрий тетраборнокислый, стандарт-титр, 0,1 н или натрий тетраборнокислый 10-водный (тетраборат натрия, бура), перекристаллизованный	ТУ 2642-581-00205087 ГОСТ 4199
Натрий серноватистокислый стандарт-титр, 0,1 н или натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный	ТУ 2642-581-00205087 ГОСТ 27068
Метиловый красный водорастворимый, индикатор	ТУ 6-09-4070
Метиленовый голубой (синий), индикатор	ТУ 2463-044-05015207
Стандарт-титры для pH-метрии (для приготовления образцовых буферных растворов) с аттестованными значениями pH 4,01; 6,86; 9,18 при 25 °С	ТУ 2642-595-00205087
Фенолфталеин	ТУ 6-09-5360
Хлорид калия	ГОСТ 4234
Бромид натрия	ТУ 6-09-5331
Аскарит или поглотитель химический известковый ХП-И	ТУ 6-09-4128 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)°С
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- 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 $см^3$, 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) °С 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/дм^3

Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ 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/$дм^3$ из концентрированной соляной кислоты следующим способом: в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят (500–600) $см^3$ очищенной воды и добавляют (8,6±0,1) $см^3$ концентрированной (1,16 г/$см^3$) 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/дм^3 (п. 10.1.3) и 0,02 моль/дм^3 (п. 10.1.4) в соответствии с п. 10.4. Раствор соляной кислоты 0,1 моль/дм^3 хранят в плотно закрытой стеклянной или пластиковой посуде не более 1 года.

10.1.3 Раствор соляной кислоты 0,05 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят (500±1) см^3 раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм^3, 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/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят (100±1) см^3 раствора соляной кислоты 0,1 моль/дм^3, 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/дм^3

При использовании стандарт-титра 0,1 н (молярная концентрация 0,05 моль/дм^3) раствор готовят в соответствии с документом на стандарт-титр.

При отсутствии стандарт-титра допускается готовить раствор из тетраборнокислого натрия 10-водного $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (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 см^3, 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 см^3 этилового спирта и добавляют 100 см^3 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 pH 4,01, 6,86 и 9,18 при 25 °С, 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 $см^3$ нагретой до (70–80) °С 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 $см^3$ этилового спирта.

(0,10±0,01) г метиленового голубого растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор смешанного индикатора получают добавлением 4 $см^3$ раствора метиленового голубого к 100 $см^3$ 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/$дм^3$ (для измерений по варианту 2)

Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ 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 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в темной склянке при температуре (+4 ÷ +8) °С не более 6 месяцев.

10.2 Подготовка оборудования для измерений по варианту 1

Подготовку pH-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 pH 4,01 и 9,18 ежедневно или при проведении каждой серии измерений. Если отклонение измеренной величины pH от заданной буферным раствором превышает 0,05 ед. pH, то градуировку pH-метра проводят заново.

Для подачи раствора кислоты из бюретки в титруемую пробу на кончик бюретки надевают пластиковую трубку, оканчивающуюся изогнутым кверху 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) $см^3$/мин.

10.4 Установление точной концентрации растворов соляной кислоты

Отбирают пипеткой с одной отметкой 10 $см^3$ раствора кислоты с концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ или 25 $см^3$ раствора с концентрацией 0,02 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 моль/$дм^3$ или 25 $см^3$ раствора с концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ помещают в стакан вместимостью (100-150) $см^3$, добавляют очищенную воду и приливают раствор буры до (3,9±0,2) ед. pH. Затем прибавляют раствор буры по 1-2 капли до (4,50±0,05) ед. pH.

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

$$C_к = \frac{2C_б \cdot V_б}{V_к}, \quad (1)$$

где $C_к$ – концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм^3;
$C_б$ – концентрация раствора буры, моль/дм^3;
$V_б$ – объём раствора буры, израсходованный на титрование, см^3;
$V_к$ – объём 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) см^3 фильтрата отбрасывают.

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

Свободный хлор в концентрациях свыше 0,5 мг/дм^3 связывают добавлением к пробе раствора тиосульфата натрия из расчёта, что 0,1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 удаляет 0,35 мг свободного хлора в пробе.

12 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Выполнение измерений по варианту 1

В стакан вместимостью (100-150) см^3 отбирают пипеткой с одной отметкой аликвоту анализируемой воды в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Объём 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 см^3 допускается вместо пипетки отбирать мерным цилиндром, предварительно проверенным на точность градуировки способом калибрования мерной посуды, рассчитанной на выливание.

Если требуется аликвота пробы 25 см^3, то добавляют к ней очищенную воду до 50 см^3. 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 см^3 или 10 см^3 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 см^3 при концентрации кислоты 0,02 моль/дм^3 и 0,1 см^3 при концентрации кислоты 0,05 моль/дм^3, за результат принимают среднее арифметическое значение объемов раствора кислоты.

При расходе на титрование менее 2,0 см^3 кислоты концентрацией 0,05 моль/дм^3 титрование проводят заново, используя раствор кислоты концентрацией 0,02 моль/дм^3, или увеличивают объём аликвоты пробы.

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

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

Повторяют титрование с такой же аликвотой пробы и, если расхождение между параллельными титрованиями не превышает 0,05 $см^3$ при концентрации кислоты 0,02 моль/$дм^3$ и 0,1 $см^3$ при концентрации кислоты 0,05 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 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 ($V_{ко}$).

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) $см^3$/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 $см^3$, 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 хлоркальциевой 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/дм^3, находят по формуле:

$$X = \frac{61{,}02 \cdot V_к \cdot C_к \cdot 1000}{V}, \qquad (2)$$

где $V_к$ – объём раствора кислоты, израсходованный на титрование пробы до (4,50±0,05) ед. pH, см^3;
$C_к$ – концентрация раствора кислоты, моль/дм^3;
V – объём аликвоты пробы воды, взятый для титрования, см^3;
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:

$$X = \frac{61{,}02 \cdot (V_{к2} - 2V_{к1}) \cdot C_к \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где $V_{к1}$ – объём раствора кислоты, израсходованный на титрование пробы до (8,30±0,05) ед. pH, см^3;
$V_{к2}$ – суммарный объём раствора кислоты, израсходованный на титрование пробы до (4,50±0,05) ед. pH, см^3;
$C_к$ – концентрация раствора кислоты, моль/дм^3;
V – объём аликвоты анализируемой пробы воды, взятый для титрования, см^3;
61,02 – молярная масса эквивалента HCO_3^-, г/моль.

13.2 При выполнении измерений по варианту 2 массовую концентрацию гидрокарбонатов рассчитывают с учётом 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/дм^3, находят по формуле:

$$X = \frac{61{,}02 \cdot (V_{ко} \cdot C_к - 2V_б \cdot C_б) \cdot 1000}{V}, \quad (4)$$

где $V_{ко}$ – общий объём раствора кислоты, добавленный в пробу, см^3;
$C_к$ – концентрация раствора кислоты, моль/дм^3;
$V_б$ – объем раствора буры, израсходованный на титрование избытка кислоты, см^3;
$C_б$ – концентрация раствора буры, моль/дм^3;
V – объем аликвоты анализируемой пробы воды, взятый для титрования, см^3;
61,02 – молярная масса эквивалента HCO_3^-, г/моль.

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

$$X = \frac{61{,}02 \cdot ((V_o - 2 \cdot V_{кф}) \cdot C_к - 2V_б \cdot C_б) \cdot 1000}{V}, \quad (5)$$

где V_o - общий объем раствора кислоты, прибавленный к пробе, см^3;
$V_{кф}$ - объем раствора кислоты, пошедший на титрование пробы с фенолфталеином, см^3.

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

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

для которых выполняется следующее условие:

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

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 $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, представляется в виде:

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

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

Значение Δ рассчитывают по формуле:

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

Значение δ приведено в таблице 1.

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

$(X_{ср} \pm \Delta_л)$ мг/дм^3, P=0,95,

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ - 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 лаборатории 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 $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| 2X'_{ср} - X_{ср} \right| \qquad (9)$$

где $X'_{ср}$ – 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.

$X_{ср}$ – 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:

$$K = \sqrt{4\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (10)$$

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - 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:

$$K_к \le K \qquad (11)$$

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 $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|, \quad (12)$$

где $X'_{ср}$ - 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;

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

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - 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: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \quad (14)$$

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 $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X_{ср} - C |, \quad (15)$$

где $X_{ср}$ - 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:

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - 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: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \quad (16)$$

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

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

№ 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 № 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

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 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 среднеквадратическое *отклонение* повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое *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 ИГХУ УрО РАН Л.А. Игнатенкова

Научно-производственное предприятие "Акватест"

gost.e-ecolog.ru

СертиМет