МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.24.531–2016

ХИМИЧЕСКОЕ ПОТРЕБЛЕНИЕ КИСЛОРОДА В ВОДАХ
Методика измерений титриметрическим методом с минерализацией проб в термореакторе

Ростов-на-Дону
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук (руководитель разработки), Т.С. Евдокимова (ответственный исполнитель), О.А. Михайленко, Ю.А. Андреев, канд. хим. наук

3 СОГЛАСОВАН с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») письмом от 21.01.2016 № 01-46/139 и Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 24.03.2016

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 25.03.2016

ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 16.06.2016 № 275

5 АТТЕСТОВАН ФГБУ «ГХИ», свидетельство об аттестации методики измерений № 531.01.00175-2015 от 14.07.2015

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» от 07.06.2016 за номером РД 52.24.531–2016

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Росгидромет, ФГБУ «ГХИ»

Содержание

1 Область применения ... 1
2 Нормативные ссылки ... 1
3 Требования к показателям точности измерений ... 2
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам ... 3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства ... 3
4.2 Реактивы и материалы ... 5
5 Метод измерений ... 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды ... 6
7 Требования к квалификации операторов ... 6
8 Требования к условиям измерений ... 6
9 Подготовка к выполнению измерений ... 6
9.1 Отбор и хранение проб ... 6
9.2 Приготовление растворов и реактивов ... 7
9.3 Определение точной молярной концентрации раствора соли Мора ... 10
9.4 Подготовка посуды ... 10
10 Порядок выполнения измерений ... 11
10.1 Устранение мешающих влияний ... 11
10.2 Выполнение измерений ... 12
11 Обработка результатов измерений ... 13
12 Оформление результатов измерений ... 13
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории ... 14
13.1 Общие положения ... 14
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости ... 14
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб ... 15
13.4 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок ... 16
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости ... 17
Приложение А (рекомендуемое) Вспомогательные устройства для выполнения титрования ... 18
Приложение Б (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованного раствора гидрофталата калия АР-ХПК для контроля точности результатов измерений ХПК титриметрическим методом ... 20

Введение

Химическое потребление кислорода (ХПК) – количество кислорода, расходуемого на окисление содержащихся в воде органических и неорганических веществ сильными окислителями. В зависимости от природы окислителя различают перманганатную, бихроматную, иодатную, цериевую окисляемость. Если устранить влияние неорганических веществ или внести поправку на их содержание, то величина ХПК характеризует суммарную концентрацию в воде органических веществ, определяемых в условиях анализа с помощью данного окислителя. Наиболее высокая степень окисления достигается в кипящем сернокислом растворе дихромата калия, содержащем катализатор. Количество кислорода в миллиграммах на кубический дециметр, эквивалентное расходу дихромата на окисление органических веществ, называют «бихроматной окисляемостью». Чаще всего при использовании термина ХПК имеют в виду именно величину бихроматной окисляемости. Поскольку степень окисления большинства органических веществ дихроматом калия в указанных условиях близка к 100 %, величина бихроматной окисляемости хорошо коррелирует с массовой концентрацией органического углерода (последняя величина примерно в 2,5 раза меньше ХПК).

ХПК является общепринятым, важным и достаточно быстро определяемым показателем характеристики загрязнения природных и сточных вод органическими соединениями. Величины ХПК (бихроматной окисляемости) поверхностных вод в зависимости от общей биологической продуктивности водного объекта, степени его загрязнения, а также от содержания органических веществ естественного происхождения колеблются от долей до десятков миллиграммов в кубическом дециметре. ХПК сточных вод может достигать сотен миллиграммов в кубическом дециметре. Различают ХПК фильтрованных проб, свидетельствующее о содержании растворенных органических веществ, и нефильтрованных, указывающее на общее содержание органических веществ.

Окисляемость незагрязненных поверхностных вод суши проявляет отчетливую физико-географическую зональность. Для горных районов характерна малая окисляемость – до 5 мг/дм^3; средняя окисляемость (от 5 до 10 мг/дм^3) встречается в зонах широколиственных лесов, лесостепи, полупустыни, пустыни, тундры; повышенная (от 15 до 20 мг/дм^3) – в зоне северной и южной тайги.

Величина ХПК подвержена довольно значительным и закономерным сезонным колебаниям. Их характер определяется, с одной стороны, гидрологическим режимом и зависящим от него поступлением органических веществ аллохтонного происхождения с поверхности водосбора, с другой стороны – гидробиологической активностью, обусловливающей процессы продуцирования, трансформации и минерализации органических веществ в водном объекте. В водных объектах, подверженных сильному антропогенному воздействию, на изменение величины ХПК значительное влияние оказывает объем и режим поступления сточных вод.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ХИМИЧЕСКОЕ ПОТРЕБЛЕНИЕ КИСЛОРОДА В ВОДАХ Методика измерений титриметрическим методом с минерализацией проб в термореакторе

Дата введения – 2017–02–01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) химического потребления кислорода (ХПК) в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом при содержании органических веществ эквивалентном потреблению кислорода в диапазоне от 5,0 до 50,0 мг/дм^3.

1.2 Допускается выполнение измерений в пробах с величиной ХПК более 50,0 мг/дм^3 при разбавлении пробы бидистиллированной водой таким образом, чтобы ХПК разбавленной пробы находилось в пределах указанного в 1.1 диапазона.

1.3 Настоящий руководящий документ предназначен для применения в лабораториях Росгидромета и предприятий-водопользователей, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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 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 31861–2012 Вода. Общие требования к отбору проб

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

МИ 2881–2004 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

Примечания

1 Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, Б.3 и Б.4 (приложение Б).

2 При пользовании настоящим руководящим документом (рекомендациями) целесообразно проверять действие ссылочных нормативных документов:

- национальных стандартов - в информационной системе общего пользования - на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году;

- нормативных документов Росгидромета и типовых нормативных документов - по РД 52.18.5 и дополнений к нему - ежегодно издаваемым информационным указателям нормативных документов.

3 Если ссылочный нормативный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий выполнения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений величины ХПК X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 5,0 до 10,0 включ.	0,13·X	0,9+0,035·X	0,3+0,022·X	1,7+0,072·X
Св. 10,0 до 30,0 включ.	1,2			
Св. 30,0 до 50,0 включ.		1,8	0,034·X	0,13·X

При выполнении измерений в пробах с величиной ХПК свыше 50,0 мг/дм^3 после соответствующего разбавления границы погрешности измерения ХПК в исходной пробе находят по формуле

$$\pm\Delta=(\pm\Delta_1)\cdot\eta, \quad (1)$$

где $\pm\Delta_1$ – показатель точности измерения ХПК в разбавленной пробе, рассчитанный согласно таблице 1;

η – степень разбавления.

Предел обнаружения ХПК титриметрическим методом равен 3 мг/дм^3.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

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

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008, максимальная нагрузка не более 200 г, дискретность отсчета не более 0,0002 г.

4.1.2 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008, максимальная нагрузка не более 500 г, дискретность отсчета 0,001 г.

4.1.3 Государственный стандартный образец бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода - ХПК) ГСО 7425-97.

4.1.4 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 50 см^3 – 1 шт., 100 см^3 – 3 шт., 200 см^3 – 1 шт., 500 см^3 - 1 шт.

4.1.5 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 см^3 – 3 шт., 2 см^3 – 2 шт., 5 см^3 – 2 шт., 10 см^3 – 1 шт.

4.1.6 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 5 см^3 – 1 шт., 10 см^3 – 1 шт., 20 см^3 – 2 шт., 25 см^3 - 2 шт.

4.1.7 Бюретка 2-го класса точности исполнения 3 по ГОСТ 29251-91 вместимостью 5 см^3 – 1 шт. или цифровой титратор фирмы HACH

(кат. № 16900-01) с набором картриджей (кат. № 14388-01) или аналогичный с точностью измерения объема не менее 1 % и ценой деления не более 0,002 мл.

4.1.8 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 $см^3$ – 1 шт., 50 $см^3$ – 2 шт., 100 $см^3$ – 2 шт., 250 $см^3$ – 1 шт., исполнения 1 вместимостью 1000 $см^3$ – 2 шт.

4.1.9 Колбы конические типа Кн исполнения 1 по ГОСТ 25336-82 вместимостью 100 $см^3$ – 25 шт.

4.1.10 Установка для перегонки дистиллированной воды из стекла группы ТС (плоскодонная колба типа П исполнения 1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1000 или 2000 $см^3$ из термически стойкого стекла группы ТС, насадка типа Н1 с взаимозаменяемыми конусами 29/32-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ исполнения 1 длиной не менее 400 мм, алонж типа АИ с взаимозаменяемым конусом муфты 14/23 по ГОСТ 25336-82).

4.1.11 Стаканы типа В исполнения 1, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 100 $см^3$ – 1 шт., 250 $см^3$ – 1 шт., 400 $см^3$ – 1 шт., 1000 $см^3$ – 2 шт.

4.1.12 Воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм – 1 шт., 100 мм – 1 шт.

4.1.13 Реакционные пробирки с навинчивающейся крышкой с наружным диаметром 16 мм (далее – виалы) компании HACH (кат. № LZP065) вместимостью 10 $см^3$ – 50 шт.

4.1.14 Стаканчики для взвешивания СВ-19/9, СВ-24/10, СН-45/13 по ГОСТ 25336-82 – 3 шт.

4.1.15 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82 – 1 шт.

4.1.16 Стеклянные палочки диаметром 4 мм и длиной 1500 мм по ГОСТ 27460-87 – 2 шт.

4.1.17 Пипетки Пастера по ТУ 9464-001-52876351-2000 - 5 шт.

4.1.18 Термореактор лабораторный «Термион»
по ТУ 4215-340-20506233-2005 с диапазоном рабочих температур от 50 °С до 150 °С или другого типа с аналогичными характеристиками.

4.1.19 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.20 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.

4.1.21 Посуда светлого и темного стекла для хранения проб и растворов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5 и 1 $дм^3$.

4.1.22 Посуда полиэтиленовая для хранения растворов вместимостью 0,1 $дм^3$.

4.1.23 Холодильник бытовой.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательных устройств, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Калия гидрофталат по ТУ 6-09-4433-77, ч.д.а. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Калий двухромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220-75, х.ч. или калий двухромовокислый, стандарт-титр, с молярной концентрацией количества вещества эквивалента (КВЭ) 0,1 моль/дм^3 по ТУ 2642-001-33813273-97.

4.2.3 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ по ГОСТ 4208-72, ч.д.а. или соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора), стандарт-титр, с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3 по ТУ 2642-001-33813273-97.

4.2.4 Сульфат серебра по ТУ 6-09-3703-74, ч.д.а.

4.2.5 Сульфат ртути, импортный.

4.2.6 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

4.2.7 Хлорид кальция обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч.

4.2.8 Кислота серная особой чистоты ос.ч. 11-5 по ГОСТ 14262-78 (допустимо по ГОСТ 4204-77, х.ч.).

4.2.9 N-фенилантраниловая кислота по ТУ 6-09-3592-87, ч.

4.2.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.11 Фильтры мембранные «Владипор МФАС-ОС-2», 0,45 мкм по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам.

4.2.12 Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.13 Силиконовая трубка по ТУ 9398-003-00152106-2003 с внутренним диаметром от 6 до 8 мм.

4.2.14 Груша резиновая А-1по ТУ 9398-005-05769082-2003 – 1 шт.

Примечание – Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной и технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Выполнение измерений ХПК титриметрическим методом основано на окислении органических веществ дихроматом калия в растворе серной кислоты при нагревании в присутствии катализатора – сульфата серебра. Избыток дихромата калия титруют раствором соли Мора и, исходя из результатов титрования, находят количество дихромата калия, израсходованное на окисление органических веществ.

Большинство органических соединений в условиях анализа окисляются на 95-100 %. Не полностью окисляются алифатические углеводороды с неразветвленной углеродной цепью, некоторые гетероциклические соединения.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений ХПК в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 1, 2 и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Вредно действующие вещества, в том числе растворы, содержащие соли ртути, подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Заполнение виал и последующие действия с ними следует проводить в вытяжном шкафу.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица с высшим профессиональным образованием, имеющие стаж работы в лаборатории не менее полугода, и освоившие методику измерений.

8 Требования к условиям измерений

8.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С..... 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.).....от 84,0 до 106,7 (от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более.....80;
- напряжение в сети, В.....220 ± 22;
- частота переменного тока в сети питания, Гц .....50±1.

8.2 В помещении, где выполняют измерения ХПК, запрещается проводить работы с органическими растворителями.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ 31861. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ 31861. Пробы помещают в склянки с пробками, не загрязняющими пробу органическими соединениями.

Выполнение измерений ХПК следует проводить в день отбора. Если это невозможно, пробы консервируют добавлением раствора серной кислоты (1:2) из расчета 2 $см^3$ на каждые 100 $см^3$ пробы воды и хранят при температуре не выше 5 ^{0}С. Часть этого же раствора серной кислоты, используемой для консервации, должна возвращаться в лабораторию для выполнения холостого опыта. Для очищенных сточных вод срок хранения не более суток, для загрязненных поверхностных вод – не более 3 сут, для слабо загрязненных – не более 5 сут. Объем отбираемой пробы не менее 50 $см^3$.

В зависимости от целей анализа, выполнение измерений ХПК проводят в нефильтрованной или фильтрованной пробе. В последнем случае пробу сразу после отбора фильтруют через мембранный фильтр, очищенный двукратным кипячением в дистиллированной воде, или бумажный фильтр «синяя лента», промытый горячей дистиллированной водой. При фильтровании через любой фильтр первую порцию фильтрата объемом не менее 50 $см^3$ отбрасывают.

9.2 Приготовление растворов и реактивов

9.2.1 Раствор дихромата калия с молярной концентрацией количества вещества эквивалента 0,250 моль/$дм^3$

Взвешивают с точностью до четвертого знака после запятой 6,129 г дихромата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105 ^{0}С, количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объём раствора до метки.

Раствор хранят в плотно закрытой темной склянке не более 6 мес.

9.2.2 Раствор дихромата калия с молярной концентрацией количества вещества эквивалента 0,0500 моль/$дм^3$

Пипеткой с одной отметкой отбирают 20,0 $см^3$ раствора дихромата калия с молярной концентрацией КВЭ 0,250 моль/$дм^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объём раствора до метки бидистиллированной водой.

Если для приготовления раствора дихромата калия используют стандарт-титр, содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора до метки и перемешивают (срок хранения раствора не более 6 мес). Затем отбирают пипеткой с одной отметкой 25,0 $см^3$ полученного раствора, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в темной склянке с притертой пробкой не более 1 мес.

9.2.3 Раствор соли Мора с молярной концентрацией количества вещества эквивалента 0,20 моль/дм^3

Взвешивают 15,7 г соли Мора, переносят навеску в мерную колбу вместимостью 200 см^3, растворяют в дистиллированной воде, осторожно при перемешивании добавляют 4 см^3 концентрированной серной кислоты и, после охлаждения, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Если для приготовления раствора соли Мора используют стандарт-титр, содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в дистиллированной воде, осторожно при перемешивании добавляют 4 см^3 концентрированной серной кислоты и, после охлаждения, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Хранят в плотно закрытой темной склянке не более 3 мес.

9.2.4 Раствор соли Мора с молярной концентрацией количества вещества эквивалента 0,050 моль/дм^3

Пипеткой с одной отметкой помещают 25 см^3 раствора соли Мора с молярной концентрацией КВЭ 0,20 моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой. Раствор сразу после приготовления переносят в картриджи цифрового титратора, герметично закрывают и хранят в темном месте не более двух недель.

Точную молярную концентрацию раствора устанавливают каждый раз перед анализом проб в соответствии с 9.3.

9.2.5 Раствор соли Мора с молярной концентрацией количества вещества эквивалента 0,020 моль/дм^3

Пипеткой с одной отметкой помещают 10 см^3 раствора соли Мора с молярной концентрацией КВЭ 0,20 моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой темной склянке не более недели.

Точную концентрацию раствора устанавливают каждый раз перед анализом проб в соответствии с 9.3.

9.2.6 Раствор индикатора

В качестве индикатора используют раствор N-фенилантраниловой кислоты. Для приготовления раствора 0,25 г N-фенилантраниловой кислоты растворяют в 12 см^3 раствора гидроксида натрия по 9.2.7 и

добавляют 250 $см^3$ дистиллированной воды. Для ускорения растворения можно раствор гидроксида натрия слегка подогреть.

Раствор индикатора хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 3 мес.

9.2.7 Раствор гидроксида натрия, 0,4 %-ный

Растворяют 0,4 г гидроксида натрия в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив не более 6 мес при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

9.2.8 Раствор сульфата серебра, 5 г/$дм^3$

Растворяют 5,0 г сульфата серебра в 1 $дм^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор хранят в темном месте, срок годности не ограничен.

9.2.9 Раствор серной кислоты, 1:9

В термостойкий стакан вместимостью 1000 $см^3$ приливают 540 $см^3$ дистиллированной воды и при непрерывном перемешивании добавляют 60 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствор переносят в склянку и плотно закрывают. Срок годности раствора не ограничен.

9.2.10 Раствор сульфата ртути (II)

Растворяют 10 г сульфата ртути (II) в 100 $см^3$ раствора серной кислоты (1:9). Хранят в стеклянной посуде в темном месте. Срок годности раствора не ограничен.

9.2.11 Бидистиллированная вода

Для получения бидистиллированной воды собирают установку согласно 4.1.10. В колбу для перегонки наливают дистиллированную воду, колбу нагревают, кипятят 15 мин (не подсоединяя холодильник). Затем, подсоединив холодильник, воду перегоняют. Первую порцию отгона (не менее 50 $см^3$) отбрасывают, оставляя после перегонки в колбе около 10 % от первоначального объема дистиллированной воды. Хранят бидистиллированную воду в склянке с притёртой стеклянной или завинчивающейся полипропиленовой пробкой не более 1 нед. Перегонку бидистиллированной воды следует проводить в помещении, где не хранятся и не используются в работе летучие органические вещества.

9.3 Определение точной молярной концентрации раствора соли Мора

Градуированной пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 1,00 см^3 раствора дихромата калия с молярной концентрацией КВЭ 0,0500 моль/дм^3, переносят его в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают цилиндром 50 см^3 раствора серной кислоты (1:9) и добавляют 0,15 см^3 раствора индикатора. Через 5 мин титруют до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтовато-зеленую из бюретки вместимостью 5 см^3 раствором соли Мора с молярной концентрацией КВЭ 0,020 моль/дм^3 или с помощью цифрового титратора раствором соли Мора с молярной концентрацией КВЭ 0,050 моль/дм^3. Бюретка должна быть снабжена хорошо оттянутым капилляром с тонким отверстием, позволяющим получать капли объемом около 0,03 см^3. Варианты титрования с помощью обоих средств измерения и их описание представлены в приложении А.

Титрование повторяют и, при отсутствии расхождения в объемах титранта более 0,05 см^3 при использовании бюретки либо 0,02 см^3 при использовании титратора, за результат принимают среднее арифметическое значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся на величину не более, чем указано выше. Точную молярную концентрацию раствора соли Мора $М_м$, моль/дм^3 КВЭ, находят по формуле

$$М_м = \frac{М_д \cdot V_д}{V_м}, \quad (1)$$

где $М_д$ – молярная концентрация раствора дихромата калия, моль/дм^3 КВЭ;

$V_д$ – объём раствора дихромата калия, взятый для титрования, см^3;

$V_м$ – объём раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см^3.

При расчёте молярной концентрации раствора соли Мора её выражают числом, содержащим четыре значащие цифры.

9.4 Подготовка посуды

Для определения ХПК рекомендуется иметь отдельный набор посуды. Посуду для хранения проб, приготовления и хранения растворов, выполнения измерений очищают концентрированной серной кислотой, затем ополаскивают водопроводной и дистиллированной водой. Очистка виал серной кислотой проводится периодически (после 3-4 процедур минерализации). В остальное время виалы после использования промывают дистиллированной водой не менее 10 раз.

В случае сильнозагрязненной посуды допускается мытье хромовой смесью, после чего посуду многократно (не менее 10 раз) промывают

водопроводной водой, затем концентрированной серной кислотой, после чего ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

Запрещается использовать для мытья посуды любые синтетические моющие средства.

Перед началом работы следует внимательно осмотреть виалы и пробки к ним. Виалы и пробки, имеющие трещины, сколы и другие дефекты, использовать не следует, поскольку при нагревании герметично закрытых виал в них повышается давление и, при наличии дефектов, виалы или пробки могут лопнуть.

10 Порядок выполнения измерений

10.1 Устранение мешающих влияний

Определению ХПК мешают хлориды, сульфиды, соединения железа (II), нитриты и другие неорганические вещества, способные окисляться дихроматом в кислой среде.

Мешающее влияние хлоридов при концентрациях менее 2000 мг/дм^3 в анализируемой пробе устраняется путем связывания сульфатом ртути (II) в прочный хлорид ртути (II). Количество добавляемого сульфата ртути зависит от концентрации хлоридов (таблица 2). При концентрации хлоридов более 2000 мг/дм^3 использовать данную методику для определения ХПК не следует. При достаточно высокой величине ХПК уменьшить мешающее влияние хлоридов можно разбавлением пробы бидистиллированной водой (см. 10.2.3).

Мешающее влияние сульфидов и соединений железа (II) устраняют предварительной продувкой пробы воды воздухом, если она не содержит летучих органических соединений, или учитывают при расчете ХПК. В последнем случае определяют их концентрации и пересчитывают на величины ХПК, исходя из того, что 1,0 мг H_2S и 1,0 мг Fe^{2+} эквивалентны соответственно 0,47 и 0,14 мг кислорода. Таким же образом учитывают влияние нитритов – 1,0 мг NO_2^- (или 0,30 мг нитритного азота) эквивалентен 0,35 мг кислорода.

Таблица 2 – Объем раствора сульфата ртути, необходимый для устранения мешающего влияния хлоридов

Концентрация хлоридов, мг/дм^3	Объем раствора сульфата ртути, добавляемый в виалу, см^3	Концентрация хлоридов, мг/дм^3	Объем раствора сульфата ртути, добавляемый в виалу, см^3
До 300 включ.	0,2	Св. 900 до 1100 включ.	0,6
Св. 300 до 500 включ.	0,3	Св. 1100 до 1300 включ.	0,7
Св. 500 до 700 включ.	0,4	Св. 1300 до 1500 включ.	0,8
Св. 700 до 900 включ.	0,5	Св. 1500 до 2000 включ.	1,0

10.2 Выполнение измерений

10.2.1 В две виалы пипеткой вместимостью 1 $см^3$ помещают по 1,00 $см^3$ раствора дихромата калия с молярной концентрацией 0,0500 моль/$дм^3$ КВЭ, добавляют по 3,0 $см^3$ раствора сульфата серебра и раствор сульфата ртути согласно таблице 2. Если объем раствора сульфата ртути превышает 0,5 $см^3$, добавляют в виалы дополнительно по 0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Виалы закрывают и смесь осторожно перемешивают вращательными движениями, не переворачивая виалы, чтобы реакционная смесь не касалась пробки.

После охлаждения раствора виалы открывают, пипеткой вместимостью 2 $см^3$ помещают в них по 2,00 $см^3$ пробы анализируемой воды, плотно навинчивают пробки и перемешивают содержимое виал, переворачивая их несколько раз. Одновременно в трех виалах проводят холостой опыт (измерение), используя 2,00 $см^3$ бидистиллированной воды и добавляя те же объемы всех растворов, которые добавляли в пробы.

Примечание – Допускается при выполнении холостого опыта использовать дистиллированную воду, если объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование холостой пробы составляет не менее 90 % от объема, затраченного на титрование 1,00 $см^3$ раствора дихромата калия с молярной концентрацией КВЭ 0,0500 моль/$дм^3$.

10.2.2 Включают термореактор, устанавливают температуру 150 °С и время выдержки (термостатирования) 120 мин согласно инструкции по эксплуатации. Помещают виалы в термореактор, предварительно нагретый до температуры (150 ± 2) ºС, и выдерживают их в термореакторе в течение 120 мин (не обращая внимания на кратковременное снижение температуры после установки виал). После этого осторожно вынимают съемную часть (штатив) термореактора с виалами, устанавливают на подставку и охлаждают на воздухе до комнатной температуры.

Содержимое виал количественно переносят в конические колбы вместимостью 100 $см^3$, тщательно обмывая виалы и пробки из цилиндра 45 $см^3$ дистиллированной воды. Добавляют к полученным растворам по 0,15 $см^3$ раствора индикатора и через 5 мин титруют избыток дихромата калия раствором соли Мора до перехода окраски индикатора из красно-фиолетовой в желтовато-зеленую из бюретки вместимостью 5 $см^3$ или с помощью цифрового титратора.

Примечание – Применение цифрового титратора целесообразно при выполнении измерений в передвижных (мобильных) лабораториях.

10.2.3 Если объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование пробы воды при использовании бюретки или титратора меньше 1,5 $см^3$ и 0,5 $см^3$, соответственно, следует повторить

определение, разбавив анализируемую воду бидистиллированной водой. Для этого отбирают пипеткой аликвоту анализируемой воды $V_{ал}$ объемом от 2,00 до 20 см^3, помещают ее в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Аликвоту пробы воды для разбавления следует выбирать так, чтобы величина ХПК в разбавленной пробе находилась в диапазоне от 25 до 50 мг/дм^3.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Рассчитывают объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование холостого опыта, как среднее арифметическое из трех результатов титрования, если расхождение между минимальным и максимальным значениями не превышает 0,05 см^3 при использовании бюретки либо 0,02 см^3 при использовании титратора. В противном случае для расчета среднего арифметического используют два наиболее близких значения.

11.2 Величину ХПК (бихроматной окисляемости) X, мг/дм^3, находят по формуле

$$X = \frac{8{,}0 \cdot (V_1 - V_2) \cdot M_M \cdot 1000 \cdot 0{,}96}{2{,}00} \cdot \eta, \qquad (2)$$

где 8,0 – масса миллимоль КВЭ кислорода, мг/ммоль;

V_1 – объём раствора соли Мора, израсходованный на титрование холостого измерения, см^3;

V_2 – объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование пробы воды, см^3;

M_M – молярная концентрация раствора соли Мора, моль/дм^3 КВЭ;

0,96 – поправочный коэффициент для устранения систематической погрешности;

2,00 – объем аликвоты пробы воды, взятый для выполнения анализа, см^3;

η – степень разбавления пробы (по 10.2.3 рассчитывается $\eta = 50/V_{ал}$; если разбавление не проводилось, $\eta = 1$).

11.3 Если определение ХПК проводилось в законсервированной пробе, следует ввести поправку на разбавление пробы при консервации путем умножения полученного результата на 1,02.

12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \ (P = 0{,}95), \qquad (3)$$

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости $r_п$ $(2,77 \cdot \sigma_r)$; при превышении предела повторяемости поступают согласно 13.2;

$\pm\Delta$ – границы характеристики погрешности измерения для данной величины ХПК, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

12.2 Допустимо представлять результат в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_л \ (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (4)$$

где $\pm\Delta_л$ – границы характеристик погрешности результатов анализа, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности, последняя не должна содержать более двух значащих цифр.

12.3 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1.2 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части и выполняют измерения в соответствии с разделом 10.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_к = X_{max} – X_{min}, \quad (5)$$

где X_{max}, X_{min} – результаты единичных измерений величины ХПК в пробе, мг/дм^3.

13.2.3 Предел повторяемости $r_п$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_п = 2{,}77 \cdot \sigma_r , \quad (6)$$

где σ_r – показатель повторяемости для массовой концентрации, равной $\overline{X}$, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \leq r_п . \quad (7)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (7) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля, равным $3{,}6 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб

13.3.1 Оперативный контроль процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб применяют, если величина ХПК в рабочей пробе превышает 25 мг/дм^3. В противном случае используют метод добавок (см. 13.4).

При проведении оперативного контроля для введения добавок используют ГСО 7425-97 на основе гидрофталата калия с величиной бихроматной окисляемости, соответствующей 10,00 мг/см^3 кислорода. При отсутствии ГСО допустимо использовать аттестованный раствор гидрофталата калия, приготовленный в соответствии с методикой, приведенной в приложении Б.

Примечание – Не рекомендуется применять для введения добавок Государственный стандартный образец химического и биологического потребления кислорода в воде ГСО 1057-99.

13.3.2 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

13.3.3 Результат контрольной процедуры $К_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = X'' + (\eta - 1) \cdot X' - X - С_д, \quad (8)$$

где X'' - результат контрольного измерения величины ХПК в пробе, разбавленной в η раз, с известной добавкой, мг/дм^3;

X' - результат контрольного измерения величины ХПК в пробе, разбавленной в η раз, мг/дм^3;

X - результат измерения величины ХПК в рабочей пробе, мг/дм^3;

$С_д$ - величина добавки, мг/дм^3.

13.3.4 Норматив контроля К, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\Delta^2_{лх''} + (\eta - 1)^2 \Delta^2_{лх'} + \Delta^2_{лх}}, \quad (9)$$

где $\Delta_{лх''}$ ($\Delta_{лх'}$, $\Delta_{лх}$) – значения характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие величине ХПК в разбавленной пробе с добавкой (разбавленной пробе, рабочей пробе), мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лх''} = 0{,}84 \cdot \Delta_{х''}$, $\Delta_{лх'} = 0{,}84 \cdot \Delta_{х'}$ и $\Delta_{лх} = 0{,}84 \cdot \Delta_{х}$, где $\Delta_{х''}$, ($\Delta_{х'}$, $\Delta_{х}$) приписанные методике значения характеристик погрешности, соответствующие величине ХПК в разбавленной пробе с добавкой (разбавленной пробе и рабочей пробе).

13.3.5 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$| К_к | \le К, \quad (10)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.4 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_{к_1}$ с нормативом контроля $К_1$.

Результат контрольной процедуры $К_{к_1}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_{к_1} = \overline{X'''} - \overline{X} - С_д, \quad (11)$$

где $\overline{X}'''$ – среднее арифметическое результатов контрольных измерений величины ХПК в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

$C_д$ – величина добавки, мг/дм^3.

Норматив контроля погрешности K_1, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K_1 = \sqrt{\Delta^2_{л X'''} + \Delta^2_{л X}}, \quad (12)$$

где $\Delta_{л X'''}$ ($\Delta_{л X}$) - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие величине ХПК в пробе с добавкой (рабочей пробе).

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам, $\Delta_{л X'''} = 0{,}84\,\Delta_{X'''}$ и $\Delta_{л X} = 0{,}84 \cdot \Delta_X$ - приписанные методике значения характеристик погрешности, соответствующие величине ХПК в пробе с добавкой и рабочей пробе, соответственно.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_{к1}| \le K_1, \quad (13)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (13) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости R, мг/дм^3 рассчитывают по формуле

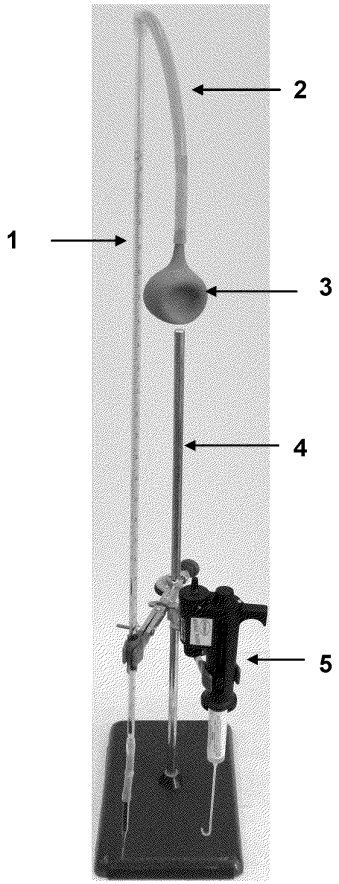
$$R = 2{,}77\sigma_R \quad (14)$$

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725 – 6 или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(рекомендуемое)

Вспомогательные устройства для выполнения титрования



1 – бюретка по 4.1.7;
2 – силиконовая трубка; **3** – груша резиновая; **4** – штатив;
5 – цифровой титратор по 4.1.7

Рисунок А.1 – Вспомогательные устройства для выполнения титрования

А.1 Подготовка бюретки

На оба конца бюретки (поз. 1) необходимо надеть силиконовые трубки с внутренним диаметром от 6 до 8 мм (поз. 2). Нижняя трубка должна быть длиной около 8 см, верхняя – от 15 до 18 см. В нижнюю трубку помещают стеклянный шарик (бусинку) или отшлифованный отрезок стеклянной палочки длиной около 5 мм и присоединяют капилляр (укороченную до длины 7-8 см пипетку Пастера с сильно оттянутым концом). Заполнение бюретки проводится засасыванием раствора соли Мора из стакана вместимостью 50 $см^3$ через капилляр с помощью груши (поз. 3), подсоединенной к верхней части бюретки. Перед заполнением грушу следует отсоединить от силиконовой трубки, сжать, присоединить обратно, опустить капилляр в стакан с раствором соли Мора и, отжимая бусинку, заполнить бюретку. Необходимо заполнить бюретку так, чтобы в нижней силиконовой трубке не осталось пузырьков воздуха. После заполнения бюретки грушу следует отсоединить, довести объем раствора до нулевой отметки и приступить к титрованию.

А.2 Подготовка цифрового титратора

Присоединить заполненный картридж с раствором соли Мора к корпусу цифрового титратора (поз. 5) в соответствии с руководством по его эксплуатации, установить показания на нулевую отметку, закрепить титратор в штативе (поз. 4) так, чтобы изогнутый конец полипропиленового капилляра был погружен в титруемый раствор, и приступить к титрованию.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованного раствора гидрофталата калия АР-ХПК для контроля точности результатов измерений ХПК титриметрическим методом

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованного раствора гидрофталата калия со значением бихроматной окисляемости, соответствующей 10,00 мг/см^3, для контроля точности результатов измерений ХПК в поверхностных водах суши и очищенных сточных водах титриметрическим методом.

Б.2 Метрологические характеристики

Б.2.1 Аттестованное значение величины ХПК (бихроматной окисляемости) в аттестованном растворе АР-ХПК составляет 10,00 мг/см^3.

Б.2.2 Погрешность установления аттестованного значения величины ХПК (бихроматной окисляемости) в аттестованном растворе АР-ХПК с вероятностью 0,95 не превышает 0,03 мг/см^3.

Б.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Б.3.1 Весы высокого (II) класса точности по ГОСТР 53228-2008, максимальная нагрузка не более 200 г., дискретность отсчета не более 0,0002 г.

Б.3.2 Колба мерная 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 см^3.

Б.3.3 Стаканчик для взвешивания СВ 19/9 по ГОСТ 25336-82.

Б.3.4 Воронка лабораторная тип В по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

Б.3.5 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 140 мм или 190 мм по ГОСТ 25336-82 с безводным хлоридом кальция.

Б.3.6 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

Б.4 Исходные компоненты аттестованного раствора

Б.4.1 Калия гидрофталат по ТУ 6-09-4433-77, ч.д.а., с содержанием основного вещества от 99,8 % до 100,2 %.

Б.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Б.5 Процедура приготовления аттестованного раствора АР-ХПК

Для приготовления аттестованного раствора взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 0,8510 г калия гидрофталата,

предварительно высушенного в сушильном шкафу при 110 °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе до комнатной температуры. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в дистиллированной воде, доводят объём раствора в колбе до метки и перемешивают. Переносят раствор в темную склянку с хорошо притертой стеклянной пробкой.

Полученному раствору приписывают величину ХПК 10,00 мг/см^3.

Б.6 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР-ХПК

Аттестованное значение величины ХПК С, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{1000 \cdot m \cdot 7{,}5 \cdot 32{,}0}{V \cdot 204{,}2}, \qquad (А.1)$$

где m – масса навески гидрофталата калия, г;

7,5 – число моль кислорода, требующихся для окисления одного моль гидрофталата калия;

32,0 и 204,2 - молярная масса кислорода и гидрофталата калия соответственно, г/моль;

V – вместимость мерной колбы, см^3.

Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР-ХПК Δ_1, мг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \qquad (А.2)$$

где Δ_μ – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ – массовая доля основного вещества (калия гидрофталата) в реактиве, приписанная реактиву квалификации «ч.д.а.», %;

Δ_m – предельная допускаемая погрешность взвешивания, равная 0,001 г;

Δ_V – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Значение предела возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора равно

$$\Delta_1 = 10{,}00 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}2}{100}\right)^2 + \left(\frac{0{,}001}{0{,}851}\right)^2 + \left(\frac{0{,}20}{100}\right)^2} = 0{,}03 \text{ мг/см}^3.$$

Б.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

Б.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованный раствор может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

Б.9 Требования к маркировке

На склянку с аттестованным раствором должна быть наклеена этикетка с указанием условного обозначения раствора, величины ХПК, погрешности ее установления и срока годности.

Б.10 Условия хранения

Аттестованный раствор следует хранить в склянке темного стекла с притертой пробкой в холодильнике не более 3 мес.

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изм.	введения изм.

gost.e-ecolog.ru