МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ICS)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33776—
2016**

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение pH, кислотности и щелочности

(OECD, Test № 122:2013, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 — 2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Ассоциацией «Некоммерческое партнерство Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» (Ассоциация «НП КИЦ СНГ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 апреля 2016 г. № 87-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июня 2016 г. № 758-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33776-2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2017 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному документу OECD, Test № 122:2013 «Определение pH, кислотности и щелочности» («Determination of pH, Acidity and Alkalinity», MOD) путем изменения структуры. Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой международного документа приведено в дополнительном приложении ДА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателе национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений — в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным органам по стандартизации этих государств

Содержание

1 Область применения 1
2 Определение и единицы 1
3 Дизайн метода 1
4 Описание метода 2
4.1 Реактивы 2
4.2 Оборудование 2
4.3 Проведение испытания 2
5 Данные и отчет о проведении испытания 3
5.1 Первичные данные 3
5.2 Отчет о проведении испытания 3
Приложение ДА (справочное) Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой международного документа 4
Библиография 5

Введение

В CIPAC MT 75.3 [1] и OPPTS 8307000 [2] описаны методы определения pH химического вещества или 1 % (мас./об.) водного раствора или дисперсии химического вещества[1)] с использованием pH-метра, электродов и калибровочных растворов. ASTM D1193 [3] и CIPAC MT 191 [4] устанавливают спецификацию на воду ч.д.а (чистую для анализа), используемую для разведения. В CIPAC MT 191 и ASTM D1067 [5] описаны процедуры определения кислотности или щелочности химических веществ[1)] с использованием титриметрии и электрометрического определения с фиксированной конечной точкой.

Настоящий стандарт основан на CIPAC MT 753 «Определение значений pH» и CIPAC MT 191 «Кислотность или щелочность композиций». CIPAC MT 191 был разработан и утвержден на основе CIPAC MT 31 «Свободная кислотность или щелочность».

[1)] В публикации CIPAC MT 75.3 и 191 используется слово «композиция».

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение pH, кислотности и щелочности

Testing of chemicals of environmental hazard
Determination of pH, acidity and alkalinity

Дата введения — 2017—03—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод электрометрического определения pH неразбавленного водного раствора или дисперсии; pH 1 % (мас./об.) разведения раствора или дисперсии дистиллированной или деионизированной водой, или pH химического вещества, разведенного до концентрации конечного применения. Он также устанавливает метод определения резервной кислотности или резервной щелочности химического вещества, которое является кислым (pH < 4) или щелочным (pH > 10) с использованием сильной или слабой кислоты или щелочи.

1.2 Настоящий стандарт устанавливает порядок получения данных о pH, кислотности и щелочности водных растворов или водных дисперсий химических веществ (индивидуальных веществ и смесей). Полученные данные используются для оценки эффектов химических веществ, представляющих опасность для здоровья человека и потенциального вредного воздействия на окружающую среду.

1.3 Данный метод применим для определения pH водного раствора или водной дисперсии в диапазоне значений $0 \le pH \le 14$. Неводный раствор или дисперсию разбавляют водой для проведения измерения pH.

1.4 Если значение pH ниже 4, то кислотность определяют титрованием с использованием стандартной сильной щелочи. Аналогично, если значение pH выше 10, то щелочность определяют титрованием с использованием стандартной сильной кислоты.

2 Определение и единицы

2.1 С помощью электрометрического определения pH измеряют отрицательный десятичный логарифм (lg_{10}) концентрации водного иона гидроксония [H_3O^+] идеальных растворов.

2.2 В соответствии с CIPAC MT 31 и CIPAC MT 191 щелочность рассчитывают как % NaOH (мас./мас.) в растворе или дисперсии, а кислотность рассчитывают как % H_2SO_4 (мас./мас.) в растворе или дисперсии.

Примечание — Несмотря на то, что государственные органы ОЭСР предусматривают единицы измерения в процентах кислоты или щелочи на массу химического вещества согласно CIPAC MT 191, существуют другие единицы для выражения кислотности и щелочности. Например, иногда используют грамм на килограмм (грамм кислоты или щелочи на килограмм химического вещества). Поскольку карбонат и бикарбонат представляют собой природные буферы в окружающей среде, то щелочность и кислотность испытуемого вещества в некоторых случаях могут быть представлены в виде мэкв/л (миллиэквивалентов) или карбоната, или бикарбоната.

3 Дизайн метода

3.1 Значение pH водного раствора или дисперсии в воде определяют с использованием pH-метра, оснащенного соответствующей системой электродов.

3.2 Кислотность или щелочность раствора или дисперсии в воде определяют титрованием стандартной кислотой или щелочью с использованием электрометрического определения конечной точки.

Издание официальное

4 Описание метода

4.1 Реактивы

Используют следующие реактивы:

4.1.1 Буферные растворы: pH 7, pH 4 и pH 10. Они могут представлять промышленно доступные стандартные растворы или растворы, приготовленные в лаборатории. Если растворы готовят в лаборатории, то подробно описывают приготовление буферных растворов и указывают дату окончания срока годности.

4.1.2 Вода дистиллированная или деионизированная:

а) с электрическим сопротивлением ≥ 1 MΩ · см;

б) свежеприготовленная дистиллированная/деионизированная или хранящаяся в условиях, исключающих накопление CO_2 из атмосферы, например CIPAC RE 130 [6].

4.1.3 Стандартный раствор гидроксида натрия: NaOH от 0,01 до 0,2 моль / л стандартного раствора. Данный раствор может представлять промышленно доступный стандартный раствор или приготовленный в лаборатории, например, CIPAC RE 25 [7].

4.1.4 Стандартный раствор кислоты: H_2SO_4 от 0,01 до 0,2 моль / л стандартного раствора. Данный раствор может представлять промышленно доступный стандартный раствор или приготовленный в лаборатории, например, CIPAC RE 28 [8].

4.1.5 Ацетон с соответствующей степенью чистоты, которая указывает кислотность и щелочность < 0,01 %.

4.2 Оборудование

Используется следующее оборудование:

4.2.1 pH-метр: поддающийся калибровке, по меньшей мере, по двум точкам.

4.2.2 pH-измерительная электродная система: например, система с одним или двумя стеклянными электродами, регулирование и техническое обслуживание которой проводят в соответствии с инструкциями изготовителя.

4.2.3 Мерные цилиндры для смешивания вместимостью 50 и 100 мл с пробками.

4.2.4 Бюретки вместимостью 25 мл.

4.2.5 Химические стаканы вместимостью от 100 до 250 мл (или другие подходящие емкости для титрования).

4.2.6 Магнитная мешалка и магнитные смесители, подходящие для титрования.

4.2.7 Автоматический титратор: в качестве альтернативы pH-метру, pH-измерительной электродной системе, бюретке и мешалке.

4.3 Проведение испытания

4.3.1 Определение значения pH химического вещества:

а) Калибровка: используют pH-метр и pH-измерительную электродную систему согласно инструкциям изготовителя по эксплуатации. Проводят калибровку системы измерения (т.е. pH-метра и pH-измерительной электродной системы) в соответствии с инструкцией изготовителя по эксплуатации с использованием, по меньшей мере, двух соответствующих буферных растворов;

б) Измерение значения pH разбавленного (1 %) раствора или дисперсии:

1) Взвешивают 1,0 г образца и переносят в цилиндр для смешивания, содержащий ~ 50 мл воды лабораторного назначения. Добавляют воду лабораторного назначения для доведения общего объема до 100 мл, закрывают и энергично встряхивают до тех пор, пока химическое вещество не будет полностью растворено или диспергировано;

2) Раствор или дисперсию переносят в химический стакан вместимостью 200 мл и дают возможность взвеси осесть в течение одной минуты;

3) Необходимо обеспечить, чтобы температура разбавленного раствора или дисперсии химического вещества не отличалась от температуры стандартных растворов, используемых для калибровки. Электроды погружают в разбавленный раствор или дисперсию испытуемого химического вещества и немедленно включают секундомер. Во время измерения записывают значение pH без перемешивания через одну минуту и две минуты. Если значения pH отличаются более чем на 0,1 единицу pH, то значение pH регистрируют и документируют через 10 мин после погружения электрода.

Примечания

1 При использовании автоматического pH-метра, где измерение останавливают, когда изменение измеренного pH ниже, чем заданное значение отклонения 0,1 единицы pH/мин, подходящий период измерения составляет менее 10 мин.

2 Может иметь место колебание показаний pH. Это может быть результатом недостаточной концентрации ионов. В таких случаях концентрация ионов повышается, и показания pH стабилизируются после добавления нескольких капель концентрированного раствора хлорида натрия.

в) Измерение pH неразбавленного водного раствора или дисперсии: переносят достаточное количество раствора или дисперсии в химический стакан вместимостью 100 мл и проводят по 4.3.1 б.3 выше.

4.3.2 Определение кислотности или щелочности химического вещества:

а) Калибровка: используют pH-метр и pH-измерительную электродную систему в соответствии с инструкциями изготовителя по эксплуатации. Проводят калибровку pH-метра и pH-измерительной электродной системы в соответствии с инструкцией изготовителя по эксплуатации с использованием, по меньшей мере, двух соответствующих буферных растворов;

б) Титрование кислотности или щелочности:

1) Если значение pH по 4.3.1 составляет < 4,0, то кислотность определяют с использованием стандартного раствора гидроксида натрия. Если значение pH по 4.3.1 составляет > 10,0, то щелочность определяют с использованием стандартного раствора серной кислоты;

2) Взвешивают 10,0 г образца (записывают массу с точностью до мг) и переносят в химический стакан вместимостью 200 мл. Добавляют 100 мл воды лабораторного назначения и перемешивают до полного растворения или диспергирования (см. примечание 2).

Примечание — Если раствор или дисперсия не могут быть оттитрованы за счет того, что электроды забиваются, то раствор или дисперсию можно предварительно обработать 10 мл ацетона перед добавлением деионизированной воды. Использование ацетона должно быть документировано.

3) Перемешивают и электрометрически титруют раствором гидроксида натрия или раствором серной кислоты с соответствующей концентрацией при температуре окружающей среды до конечной точки pH 7;

4) Кислотность (% м/м) или щелочность (% м/м) рассчитывают по следующим формулам:

$$\text{Кислотность (в пересчете на } H_2SO_4) = \frac{4{,}904 \cdot t \cdot c_1}{w}, \quad (1)$$

$$\text{Щелочность (в пересчете на NaOH)} = \frac{4{,}001 \cdot s \cdot c_2}{w}, \quad (2)$$

где t — объем раствора NaOH, мл (конечная точка pH 7);

c_1 — c (NaOH) моль / л (нормальность) раствора;

s — объем раствора H_2SO_4, мл (конечная точка pH 7);

c_2 — c (H_2SO_4) моль / л (нормальность) раствора;

w — масса образца, г.

Примечание — Масса образца (w) может быть уменьшена, если предполагается высокая кислотность или щелочность (т.е. более 25 мл титранта).

5 Данные и отчет о проведении испытания

5.1 Первичные данные

Все первичные данные, относящиеся к определению pH, щелочности и кислотности, подлежат хранению. Они включают рабочие журналы испытательного оборудования, первичные данные, распечатки с автоматизированного оборудования и т.д.

5.2 Отчет о проведении испытания

Отчет о проведении испытания должен содержать следующую информацию:

5.2.1 Химическое вещество:

- название, номер партии (при наличии);
- соответствующие физико-химические свойства или характеристики.

5.2.2 Условия испытания:

- даты проведения измерений;
- температура во время испытания;
- время измерения pH и наблюдения, при необходимости;
- массы образцов;
- объем и титр используемого титранта;
- разбавление испытуемого вещества;
- использование ацетона, при необходимости;
- описание или маркировка используемого оборудования.

5.2.3 Результаты:

- pH;
- температура;
- кислотность или щелочность соответственно;
- погрешность измерения.

Приложение ДА
(справочное)

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой международного документа

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта			Структура международного документа	
Разделы	Подразделы	Перечисления	Разделы	Перечисления
Введение			2, 3	–
1	1.1	–	1	–
	1.2	–	4	–
	1.3	–	5	–
	1.4	–	6	–
2	2.1	–	7	–
	2.2	–	8	–
3	3.1	–	9	–
	3.2	–	10	–
4	4.1	–	–	–
	4.1.1	–	11	–
	4.1.2	а	11	a
		б		b
	4.1.3	–	11	–
	4.1.4	–	11	–
	4.1.5	–	11	–
	4.2	–	–	–
	4.2.1	–	12	–
	4.2.2	–	12	–
	4.2.3	–	12	–
	4.2.4	–	12	–
	4.2.5	–	12	–
	4.2.6	–	12	–
	4.2.7	–	12	–
	4.3	–	–	–
	4.3.1	а	13	a
		б		b
		1		I
		2		II
		3		III
		в		c
	4.3.2	а	14	a
		б		b
		1		I
		2		II
		3		III
		4		IV
5	5.1	–	15	–
	5.2	–	16	–
Библиография			Литература	

Библиография

[1] Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (2000), Handbook J «MT 75.3 Determination of pH Values» CIPAC (gost.e-ecolog.ru) as amended by erratum gost.e-ecolog.ru : Handbook J. CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (gost.e-ecolog.ru)

[2] United States Environmental Protection Agency (EPA) (1996), Product Properties Test Guidelines OCSPP 830.7000 "pH" EPA 712-C-96-030

[3] ASTM International (2006), Standard Specification for Reagent Water, Annual Book of ASTM Standards, ASTM D 1193-06, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA

[4] Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (2006), Handbook L «MT 191 Acidity or Alkalinity of Formulations» CIPAC (gost.e-ecolog.ru). CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (gost.e-ecolog.ru)

[5] ASTM International (2006), Standard Test Methods for Acidity or Alkalinity of Water Annual Book of ASTM Standards, ASTM D 1067-06, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA

[6] CIPAC RE 130 (Water for Laboratory Use) – Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (1993), Handbook E, «Reagents, Indicators, and Solvents – RE 130 Water for Laboratory Use» IP gost.e-ecolog.ru cipac.org). CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (gost.e-ecolog.ru)

[7] CIPAC RE 25 (Sodium Hydroxide) – Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (1993), Handbook E, «Reagents, Indicators, and Solvents – RE 25 Sodium Hydroxide» IP gost.e-ecolog.ru). CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (gost.e-ecolog.ru)

[8] CIPAC RE 28 (Sulphuric Acid) – Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (1993), Handbook E, «Reagents, Indicators, and Solvents – RE 28 Sulphuric Acid» CIPAC (gost.e-ecolog.ru). CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (gost.e-ecolog.ru)

УДК 658.382.3:006.354 МКС 13.020.01 MOD

Ключевые слова: химическая продукция, окружающая среда, pH, кислотность, щелочность

Редактор *Е.В. Силитрина*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.С. Тыртышного*

Сдано в набор 13.07.2016. Подписано в печать 25.07.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 31 экз. Зак. 1749.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru