МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Методические указания **МУ 08–47/262**

ВОДЫ ПОДЗЕМНЫЕ.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАРБОНАТ -, ГИДРОКАРБОНАТ-ИОНОВ И СВОБОДНОЙ УГОЛЬНОЙ КИСЛОТЫ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ И ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДАМИ

Аттестована аккредитованной
метрологической службой ТПУ
Аттестат об аккредитации
№ *РОСС RU 01.00143–08 от 03.04.08*

Регистрационный номер
в Информационном фонде
по обеспечению единства измерений
ФР.1.31.2011.09190

Томск 2010

gost.e-ecolog.ru

СВЕДЕНИЯ О МЕТОДИКЕ

РАЗРАБОТАНА Проблемной научно-исследовательской лабораторией гидрогеохимии научно-образовательного центра «Вода» Национального исследовательского Томского политехнического университета

634050, г. Томск, пр. Ленина, 2, стр.5

тел/факс: (3822) 41-90-68

e-mail: gost.e-ecolog.ru

Центром метрологии ТПУ

634050, г. Томск, пр. Ленина, 30, *тел/факс:* (3822) 41-67-29

e-mail: gost.e-ecolog.ru

СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА аккредитованной метрологической службой Томского политехнического университета,

аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143–08 от 03.04.08

634050, г. Томск, пр. Ленина, 30, *тел/факс:* (3822) 41-67-29

e-mail: gost.e-ecolog.ru

Свидетельство об аттестации методики измерений *МУ 08–47/262, выдано 8 декабря 2010 г.*

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный номер в Информационном фонде по обеспечению единства измерений

ФР 1.31.2011.09190

Введена впервые

Министерство образования и науки РФ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»
АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ
(Аттестат об аккредитации № РОСС RU.0001.00ЦЛ08 от 03.04.08)

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НРиИ
_____ В.А. Власов
«__» декабря 2010 г.

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 08–47/262

Методика измерений массовой концентрации карбонат-, гидрокарбонат-ионов и свободной угольной кислоты, разработанная в проблемной научно-исследовательской лаборатории гидрогеохимии научно-образовательного центра «Вода» Национального исследовательского Томского политехнического университета, регламентированная в МУ 08-47/262 (по реестру аккредитованной метрологической службы)

ВОДЫ ПОДЗЕМНЫЕ.
МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
КАРБОНАТ -, ГИДРОКАРБОНАТ-ИОНОВ И СВОБОДНОЙ УГОЛЬНОЙ КИСЛОТЫ
ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ И ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДАМИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования методики измерений. В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Титриметрический метод

1.1 Диапазоны измерений, относительные значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измеряемых концентраций, *мг/дм³*	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ, %
От 2,0 до 10 включ.	7	11	25
Св. 10 до 100 включ.	6	9	20
Св.100 до 3500 включ.	3	5	12

1.2 Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измеряемых концентраций, *мг/дм³*	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
От 2,0 до 10 включ.	$0{,}19\cdot\overline{X}$	$0{,}30\cdot\overline{\overline{X}}$
Св. 10 до 100 включ.	$0{,}17\cdot\overline{X}$	$0{,}25\cdot\overline{\overline{X}}$
Св. 100 до 3500 включ.	$0{,}09\cdot\overline{X}$	$0{,}14\cdot\overline{\overline{X}}$
$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов параллельных определений $\overline{\overline{X}}$ – среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях		

2 Потенциометрический метод

2.1 Диапазоны измерений, относительные значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измеряемых концентраций, *мг/дм³*	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ, %
От 10 до 100 включ.	6	10	25
Св. 100 до 3500 включ.	4	6	15

2.2 Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измеряемых концентраций, *мг/дм³*	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
От 10 до 100 включ.	$0,17 \cdot \overline{X}$	$0,28 \cdot \overline{\overline{X}}$
Св. 100 до 3500 включ.	$0,11 \cdot \overline{X}$	$0,17 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов параллельных определений $\overline{\overline{X}}$ – среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях		

3. Дата выдачи свидетельства 8 декабря 2010 г.

«СОГЛАСОВАНО»

Главный метролог ТПУ

_____ Л.А. Хустенко
8 декабря 2010 г.

Метролог аккредитованной
метрологической службы ТПУ

_____ Н. П. Пикула
8 декабря 2010 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
3 Приписанные характеристики погрешности метода 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 3
5 Требования безопасности и охраны окружающей среды 5
6 Требования к квалификации оператора 5
7 Условия выполнения анализа 5
8 Отбор и хранение проб 5
9 Подготовка к выполнению измерений 5
10 Титриметрический метод с визуальным фиксированием конечной точки титрования 9
10.1 Сущность метода 9
10.2 Выполнение измерений массовой концентрации карбонат-, гидрокарбонат-ионов и свободной угольной кислоты 10
11 Потенциометрический метод 13
11.1 Сущность метода 13
11.2 Выполнение измерений массовой концентрации карбонат-, гидрокарбонат-ионов 13
12 Обработка результатов 15
13 Проверка приемлемости результатов анализа, полученных в условиях повторяемости 16
14 Проверка приемлемости результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости 17
15 Оформление результатов измерений 18
16 Контроль качества результатов анализа 19
Приложение А. Нормативные ссылки 24
Приложение Б. Библиография 26

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ (МУ 08-47/262) распространяется на природные подземные воды: пресные, солоноватые, соленые, рассолы и устанавливает методику измерений массовой концентрации карбонат-, гидрокарбонат-ионов и свободной угольной кислоты титриметрическим методом с визуальным или потенциометрическим фиксированием конечной точки титрования.

Методика позволяет определять карбонат-, гидрокарбонат-ионы в диапазоне концентраций от 10 до 3500 мг/дм^3, свободную угольную кислоту в диапазоне концентраций от 2 до 100 мг/дм^3.

Определение карбонат- и гидрокарбонат-ионов проводят последовательным титрованием одной и той же пробы раствором соляной кислоты с визуальным или потенциометрическим фиксированием конечной точки титрования.

Потенциометрическое титрование рекомендуется при анализе мутных, цветных вод. Метод потенциометрического титрования является арбитражным.

Определение свободной угольной кислоты проводят титрованием пробы раствором гидроксида натрия с визуальным фиксированием конечной точки титрования.

2 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем документе применены термины по ГОСТ 30813, ГОСТ Р 52361, а также следующие термины:

2.1 **общая минерализация:** Показатель количества содержащихся в воде растворенных веществ: анионов, катионов, недиссоциированных молекул и биологически активных компонентов (исключая газы). Минерализация выражается в г/дм^3.

Примечание – В зависимости от значения общей минерализации подземные воды подразделяют на пресные, солоноватые, соленые и рассолы (таблица 1).

Таблица 1 – Классификация подземных вод по общей минерализации*

Подземные воды	*Общая минерализация, г/дм^3*
Пресные	От 0,01 до 1,0
Солоноватые	Св. 1,0 до 10,0
Соленые	Св. 10,0 до 50,0
Рассолы	Св. 50,0

*) Из книги: Короновский Н.В., Якушова А.Ф. «Основы геологии»

2.2 **карбонатная система**: Содержащиеся в подземных водах (карбонатных и гидрокарбонатных по преобладающему аниону) молекулы и ионы $H_2CO_3, CO_2, HCO_3^-, CO_3^{2-}$, находящиеся в равновесиях:

$$CO_2 + H_2O \leftrightarrow H_2CO_3$$

$$H_2CO_3 \leftrightarrow H^+ + HCO_3^-$$

$$HCO_3^- \leftrightarrow H^= + CO_3^{2-}$$

Распределение ионов карбонатной системы в зависимости от значения *pH* воды показано на рисунке 1.

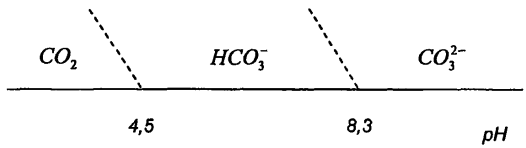

Рисунок 1 – Распределение ионов карбонатной системы в зависимости от pH

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ

3.1 Методика измерений массовой концентрации гидрокарбонат-, карбонат-ионов и свободной угольной кислоты в пробах подземных вод обеспечивают получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 – Относительные значения приписанных характеристик случайной (показатель воспроизводимости, показатель повторяемости) и общей (показатель точности) погрешности, P=0,95

Титриметрический метод

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатели		
	повторяемости σ_r, %	воспроизводимости, σ_R, %	точности δ, %
От 10,0 до 100 включ.	6	9	20
Св. 100 до 3500 включ.	3	5	12

Таблица 3 – Относительные значения приписанных характеристик случайной (показатель воспроизводимости, показатель повторяемости) и общей (показатель точности) погрешности, P=0,95

Потенциометрический метод

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатели		
	повторяемости σ_r, %	воспроизводимости, σ_R, %	точности δ, %
От 10,0 до 100 включ.	6	10	25
От 100 до 3500 включ.	4	6	15

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1 Средства измерений

pH-метр, иономер или автоматический титратор

любого типа с системой электродов

(стеклянный измерительный электрод и насыщенный хлорсеребряный электрод сравнения), обеспечивающий измерения pH в диапазоне от 3 до 10 единиц pH с допускаемой погрешностью ±0,05 единицы pH, далее по тексту pH-метр

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый,

2 класса ГОСТ 17792

Электрод стеклянный типа ЭСЛ

Весы неавтоматического действия. Часть 1.

Метрологические и технические требования ГОСТ Р 53228

Посуда мерная лабораторная стеклянная ГОСТ 1770

2 класса точности

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 см^3 ГОСТ 25336

Пипетки мерные вместимостью 10,0 25,0 и 50 см^3

2-го класса точности ГОСТ 29227

Бюретки вместимостью 25 см^3, микробюретки ГОСТ 29251

Дозаторы пипеточные с дискретностью установки доз 0,01–1,0 см3 [1]

Допускается использовать другое оборудование и приборы, позволяющие воспроизводить метрологические характеристики, указанные в данной методике анализа.

4.2 Стандартные образцы

При выполнении измерений используют государственные стандартные образцы состава раствора соляной кислоты (1,0 моль/дм^3) со следующими метрологическими характеристиками:

- аттестованное значение

(интервал аттестованных значений), моль/дм^3 0,95 –1,05

- границы значений относительной погрешности – не более 1,0% при P=0,95

4.3 Вспомогательные устройства и материалы

Стаканы химические вместимостью 100 и 250 см^3	ГОСТ 25336
Цилиндры мерные	ГОСТ 1770
Фильтры обеззоленные	[2]
Воронки стеклянные	ГОСТ 25336
Колбы конические вместимостью 250 см^3	ГОСТ 25336
Капельницы для однократной дозировки	ГОСТ 2533
Холодильник стеклянный	ГОСТ 25336
Магнитная мешалка любого типа	

4.4 Реактивы

Кислота соляная, ос.ч	ГОСТ 14261
или кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118
Кислота соляная, стандарт-титр	[3]
Натрия гидроксид, стандарт-титр	[4]
Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов с аттестованным значением pH 4,01; 6,86 и 9,18	ГОСТ 8.135
Метиловый оранжевый, ч.д.а	ГОСТ 10816, [5]
Фенолфталеин	[6]
Калий хлористый	ГОСТ 4234
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
или вода для лабораторного анализа (далее по тексту дистиллированная вода)	ГОСТ Р 52501

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать правила техники безопасности, установленные при работе с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

5.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

5.3 Лаборатория должна иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.4 При работе с электроустройствами должны соблюдаться правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Анализ по данной методике может проводить химик-аналитик, имеющий опыт работы в химической лаборатории и владеющий техникой титриметрического и потенциометрического анализа.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

При приготовлении растворов и проведении измерений соблюдают следующие внешние условия: температура окружающей среды (15 – 30) °С; относительная влажность воздуха не более 80% при 25 °С; атмосферное давление (630 – 800) мм.рт.ст. или (84,0 – 106,7) кПа.

Выполнение измерений потенциометрическим методом проводят в условиях, рекомендуемых в руководстве по эксплуатации к прибору.

8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Метод отбора и хранения проб – по ГОСТ Р 51592 «Вода. Общие требования к отбору проб». Пробу анализируют сразу после отбора. Длительное хранение проб, соприкасающихся с воздухом, приводит к смещению равновесия в карбонатной системе. При невозможности проведения анализа сразу после отбора пробы необходимо хранить в плотно закрытых склянках не более 1 месяца. Для исследований с повышенной точностью – хранить в запаянных ампулах, откачав предварительно воздух из свободного пространства.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка лабораторной посуды

Новую лабораторную стеклянную посуду, пипетки промывают азотной кислотой и многократно дистиллированной водой.

9.2 Приготовление растворов

Для приготовления реактивов используют дистиллированную воду, предварительно освобожденную от CO_2 кипячением в течение 15 мин, а затем быстро охлажденную. Воду хранят в колбе, закрытой хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью не более 1 месяца.

9.2.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации C(*HCl*)=0,5 моль/дм^3 готовят в соответствии с инструкцией по приготовлению растворов из ГСО или стандарт-титров (0,1моль/дм^3), используя для разведения дистиллированную воду. При использовании стандарт-титра или ГСО молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 объем раствора доводят до 200 см^3; при использовании ГСО молярной концентрации 1,0 моль/дм^3 – до 2,0 дм^3.

9.2.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации C(*HCl*)=0,1 моль/дм^3 готовят в соответствии с инструкцией по приготовлению растворов из ГСО или стандарт-титров, используя для разведения дистиллированную воду.

Допустимо приготовление раствора соляной кислоты концентрации C(*HCl*)= 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 4919.2: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 с небольшим количеством обессоленной воды осторожно вводят 8,5 см^3 концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см^3) (9,0 см^3 при плотности 1,17 г/см^3), после чего доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. В этом случае коэффициент поправки к концентрации соляной кислоты устанавливают по раствору натрия углекислого $C(Na_2CO_3)$ = 0,1 моль/дм^3 согласно ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки основного раствора рекомендуется проверять один раз в месяц.

Основной раствор соляной кислоты хранят в закрытой стеклянной посуде при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей. Срок хранения 6 месяцев.

9.2.3 Раствор соляной кислоты молярной концентрации

$C(HCl) = 0{,}05$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 250 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Поправочный коэффициент устанавливают каждый раз перед использованием.

Раствор соляной кислоты хранят в закрытой стеклянной посуде при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей. Срок хранения раствора 3 месяца.

9.2.4 Раствор соляной кислоты молярной концентрации

$C(HCl) = 0{,}02$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 100 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор соляной кислоты хранят в закрытой стеклянной посуде при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей. Срок хранения раствора 3 месяца.

9.2.5 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации $C(NaOH) = 0{,}1$ моль/дм^3 готовят в соответствии с инструкцией по приготовлению растворов из стандарт-титров, используя для разведения дистиллированную воду.

Раствор хранят в закрытой емкости из полимерного материала при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей. Срок хранения раствора 1 месяц.

9.2.6 Образцовые буферные растворы с аттестованным значением *pH* 4,01; 6,86 и 9,18 при температуре 25 °С (для потенциометрического титрования)

Образцовые буферные растворы с аттестованными значениями *pH* 4,01; 6,86 и 9,18 при температуре 25 °С готовят и хранят в соответствии с инструкцией к стандарт-титрам буферных растворов для *pH*-метрии.

9.2.7 Индикаторы

9.2.7.1 Раствор метилового оранжевого с массовой долей 0,1%

Навеску (0,1±0,005) г метилового оранжевого помещают в мерную склянку на 100 $см^3$, добавляют 80 $см^3$ горячей дистиллированной воды, после охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Реактив хранят в склянке из темного стекла. Раствор устойчив в течение года.

9.2.7.2 Раствор фенолфталеина с массовой долей 1%

Навеску (1,0±0,1) г фенолфталеина помещают в мерную склянку на 100 $см^3$, добавляют 80 $см^3$ этилового спирта и доводят до метки дистиллированной водой. С целью нейтрализации полученной жидкости добавляют раствор щелочи $c(NaOH) = 0,1$ моль/$дм^3$ (до появления устойчивой слабой розовой окраски).

Реактив хранят в склянке из темного стекла. Раствор устойчив в течение 6 месяцев.

9.3 ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ПОДГОТОВКА ПРОБ

Если в анализируемой воде присутствуют взвешенные вещества, пробу предварительно фильтруют через бумажные обеззоленные или стеклянные фильтры.

9.4 ПОДГОТОВКА ПРИБОРА

Подготовку *pH*-метра, стеклянного и хлорсеребряного электродов к работе проводят в соответствии с руководством по эксплуатации *pH*-метра и паспортами на электроды.

Градуировку *pH*-метра проводят по образцовым буферным растворам в соответствии с руководством по эксплуатации *pH*-метра и инструкцией по применению буферных растворов.

Проверку *pH*-метра и электродов осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации *pH*-метра или в случае отсутствия указаний в руководстве – при проведении каждой серии анализов по любым двум буферным растворам. Если отклонение измеренной величины *pH* от заданной превышает 0,05 ед. pH, то градуировку *pH*-метра проводят заново.

10 ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ВИЗУАЛЬНЫМ ФИКСИРОВАНИЕМ КОНЕЧНОЙ ТОЧКИ ТИТРОВАНИЯ

10.1 Сущность метода

Определение карбонат-(CO_3^{2-}) и гидрокарбонат-ионов (HCO_3^-) проводят путем последовательного титрования соляной кислотой молярной концентрации 0,1 или 0,5 моль/дм^3 в зависимости от ожидаемой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов. Методика применима для анализа вод в диапазоне значений *pH* от 3,5 до 9,5.

Первая стадия соответствует оттитровыванию ионов CO_3^{2-} до HCO_3^-, по окончании первой стадии *pH* раствора составляет примерно 8,3, поэтому первую точку конца титрования устанавливают по фенолфталеину.

Во второй стадии ионы HCO_3^- оттитровываются до H_2CO_3, по окончании раствор имеет значение pH~4,5, поэтому вторую точку конца титрования устанавливают по метиловому оранжевому.

Титрование проводят по схеме (рисунок 2).

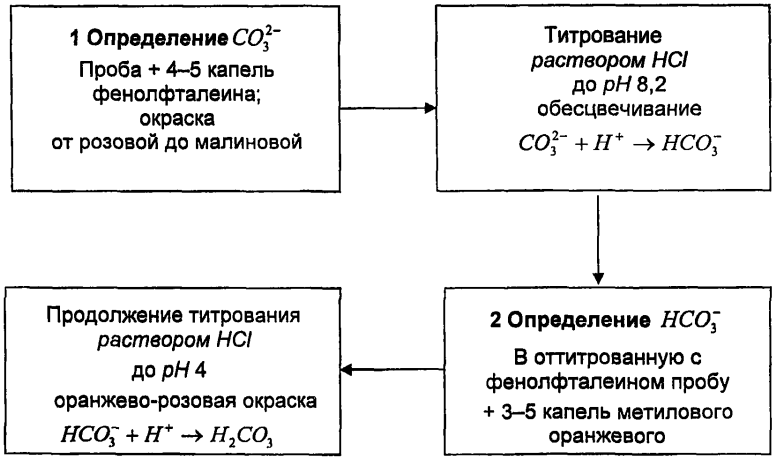

Рисунок 2 – Схема последовательного определения карбонат- и гидрокарбонат-ионов

Методика не применима для анализа вод, содержащих анионы гуминовых и других природных органических кислот. В этом случае результат анализа следует

представлять как общую щелочность пробы, а не только содержание карбонат- и гидрокарбонат-ионов.

При определении ионов карбонатной системы рекомендуется избегать контакта пробы воды с атмосферой.

Определение свободной угольной кислоты возможно в водах, не содержащих ионов, обуславливающих свободную кислотность (H^+, HS^-, $-COOH$).

Определение свободной угольной кислоты (CO_2) в водных растворах основано на количественном переводе CO_2 в HCO_3^- с последующим определением гидрокарбонат-ионов титриметрическим методом. В качестве титранта используют раствор гидроксида натрия молярной концентрации $c(NaOH)$ = 0,1 моль/дм^3. Точку эквивалентности фиксируют по изменению окраски раствора с использованием индикатора фенолфталеина.

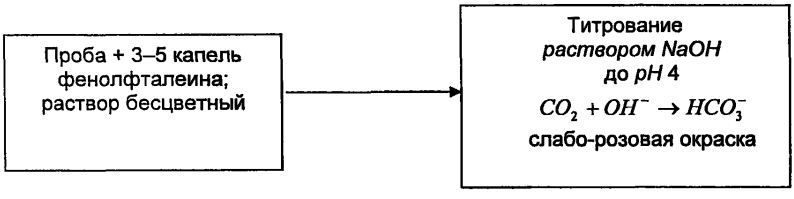

Рисунок 3 – Схема определения свободной угольной кислоты

10.2 Выполнение измерений массовой концентрации карбонат-, гидрокарбонат-ионов и свободной угольной кислоты

В зависимости от ожидаемой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов в качестве титранта используют соляную кислоту молярной концентрации 0,1 или 0,5 моль/см^3. Рекомендуемый объем пробы воды, концентрация титранта и объем бюретки приведены в таблице 4.

Одновременно проводят анализ двух параллельных проб.

Таблица 4 – Рекомендуемые объемы проб воды

Массовая концентрация гидрокарбонат- ионов, мг/дм^3	Рекомендуемый объем пробы для анализа, см^3	Концентрация кислоты, моль/дм^3	Объем бюретки, см^3
От 10 до 60 включ.	100	0,1	1
Св. 60 до150 включ.	100	0,1	25
Св 150 до 500 включ.	50	0,1	25
Св 500 до 1000 включ.	25	0,1	25
Св 1000 до 3500м	15	0,5	25

10.2.1 Выполнение измерений массовой концентрации карбонат-ионов

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят мерной пипеткой или мерной колбой объем анализируемой пробы воды в зависимости от ожидаемой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов. Добавляют 3–5 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты. Титрование ведут при постоянном перемешивании на белом фоне, прибавляя кислоту по каплям. Окончанием титрования является обесцвечивание раствора. Отмечают объем израсходованной кислоты.

По окончании титрования регистрируют объем раствора V_1, см^3, пошедший на титрование.

10.2.2 Выполнение измерений массовой концентрации гидрокарбонат-ионов

К оттитрованной по 10.2.1 пробе прибавляют 3 капли метилового оранжевого и титруют тем же раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в оранжево-розовую.

Для более четкого выявления момента окончания титрования рекомендуется проводить титрование в присутствии контрольной пробы, для чего рядом с титруемой пробой помещают такую же порцию анализируемой воды (во второй склянке), вносят 2–3 капли раствора метилового оранжевого.

По окончании титрования регистрируют объем раствора V_2, см^3, пошедший на титрование.

Аналогично проводят титрование второй параллельной анализируемой пробы.

10.2.3 Выполнение измерений массовой концентрации гидрокарбонат-ионов в отсутствии карбонат-ионов

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят мерной пипеткой или мерной колбой объем анализируемой пробы воды в зависимости от ожидаемой концентрации гидрокарбонат-ионов. Рекомендуемые объемы проб воды приведены в таблице 4. Добавляют 3 капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты. Титрование ведут при постоянном перемешивании на белом фоне, прибавляя кислоту по каплям. Окончанием титрования является изменение цвета раствора из желтого в оранжево-розовую.

По окончании титрования регистрируют объем раствора V_2, $см^3$, пошедший на титрование.

Аналогично проводят титрование второй параллельной анализируемой пробы.

10.2.4 Выполнение измерений массовой концентрации свободной угольной кислоты

Рекомендуемый объем пробы воды и объем бюретки приведены в таблице 5. В коническую колбу вместимостью 1000 (500) $см^3$ вносят мерной колбой (цилиндром) объем анализируемой пробы воды в соответствии с рекомендациями таблицы 5.

Таблица 5 – Рекомендуемые объемы проб воды и объем бюретки

Массовая концентрация свободной угольной кислоты, $мг/дм^3$	Рекомендуемый объем пробы для анализа, $см^3$	Объем бюретки, $см^3$
От 2,0 до 8,0 включ.	500	1
Св.8,0 до 60 включ.	500	10
Св.60 до 100 включ.	250	10

Добавляют 3 – 5 капель раствора фенолфталеина и титруют жидкость раствором гидроксида натрия молярной концентрации $c(NaOH) = 0{,}1$ $моль/дм^3$ до появления слабого розового окрашивания. Появляющаяся розовая окраска быстро исчезает из-за медленной реакции гидратации по уравнению

$$CO_2 + H_2O = H_2CO_3$$

Титрование ведут до устойчивой окраски раствора, не исчезающей и не бледнеющей в течение 3 – 5 минут. Регистрируют расход раствора гидроокиси натрия до достижения устойчивой окраски индикатора.

По окончании титрования по бюретке отсчитывают объем раствора гидроксида натрия a, пошедший на титрование.

Аналогично проводят титрование второй параллельной анализируемой пробы.

11 МЕТОД ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

11.1 Сущность метода

Потенциометрический метод основан на установлении конечной точки титрования по зависимости равновесного потенциала индикаторного электрода от состава раствора. Для определения гидрокарбонат- и карбонат-ионов в качестве индикаторного применяют стеклянный электрод. Титрование проводят в две стадии: до значения *pH 8,2 (определение карбонат-ионов) и pH 4,5 (определение гидрокарбонат-ионов).*

Одновременно проводят анализ двух параллельных проб.

11.2 Выполнение измерений массовой концентрации карбонат- и гидрокарбонат- ионов

В зависимости от ожидаемой концентрации ионов используют соляную кислоту молярной концентрации 0,02; 0,05, 0,1 или 0,5 моль/см^3. Рекомендуемый объем пробы и концентрация титранта приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Рекомендуемые объемы проб воды и концентрации соляной кислоты

Массовая концентрация гидрокарбонат ионов, мг/дм^3	Рекомендуемый объем пробы для анализа, см^3	Концентрация соляной кислоты, моль/дм^3
От 10 до 50 включ.	50	0,02
Св. 50 до 150 включ.	25	0,02
Св.150 до 600 включ.	25	0,05
Св.600 до 1500 включ.	25	0,1
Св.1500 до 6000 включ.	25	0,5

В стакан вместимостью 250 (100) см^3 вносят объем анализируемой пробы воды. В раствор погружают стеклянный (индикаторный) и хлорсеребряный (электрод сравнения) электроды. Стакан устанавливают на магнитную мешалку и перемешивают со скоростью, при которой не образуется воронка. Титрование ведут раствором соляной кислоты при постоянном перемешивании до pH 8,2, вблизи точки эквивалентности прибавляя кислоту по каплям.

По окончании титрования по бюретке регистрируют объем раствора V_1, см^3, пошедший на титрование карбонат-ионов.

Продолжают титрование пробы воды тем же раствором соляной кислоты до $pH 4{,}5$, близи точки эквивалентности прибавляя кислоту по каплям.

По окончании титрования регистрируют объем раствора V_2, см^3, пошедший на титрование гидрокарбонат-ионов.

Аналогично проводят титрование второй параллельной анализируемой пробы.

11.3 Выполнение измерений массовой концентрации гидрокарбонат-ионов в отсутствии карбонат-ионов

В стакан вместимостью 250 (100) см^3 вносят объем анализируемой пробы воды. В раствор погружают стеклянный и хлорсеребряный электроды. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, титрование ведут раствором соляной кислоты при постоянном перемешивании до $pH 4{,}0$, близи точки эквивалентности прибавляя кислоту по каплям.

По окончании титрования по бюретке отсчитывают объем раствора V_2, см^3, пошедший на титрование

Аналогично проводят титрование второй параллельной анализируемой пробы.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

12.1 Массовую концентрацию карбонат-ионов ($C_{CO_3^{2-}}$), мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$C_{CO_3^{2-}} = \frac{2V_1 \cdot C \cdot 30 \cdot 1000}{V}.$$

Массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов ($C_{HCO_3^-}$), мг/дм^3, вычисляют по формуле (при титровании по разделам 10.2.3 и 11.3 $V_1=0$)

$$C_{HCO_3^-} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C \cdot 61 \cdot 1000}{V},$$

где V_1– объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, с фенолфталеином, см^3;

V_2 – объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, с метиловым оранжевым, см^3;

С – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм^3;

30 – эквивалентный вес карбонат-ионов;

61 – эквивалентный вес гидрокарбонат-ионов;

V – объем пробы воды, взятый на анализ, см^3.

Формулы расчетов даны с учетом того, что коэффициент поправки растворов *HCl* равен 1.

12.2 Массовую концентрацию свободной угольной кислоты C_{CO_2}, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{CO_2} = \frac{a \cdot C \cdot 44 \cdot 1000}{V},$$

a – объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см^3;

С – молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм^3;

44 - эквивалентный вес CO_2 в данной реакции;

V – объем пробы воды, взятый на анализ, см^3

Формула расчета дана с учетом того, что коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с ($NaOH$) = 0,1 моль/дм^3 равен 1.

12.3 Вычисления проводят для каждой из двух параллельных проб, получая X_1 и X_2 соответственно.

13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ПОВТОРЯЕМОСТИ

13.1 Рассчитывают среднее арифметическое значение двух результатов единичных анализов X_1 и X_2, полученных согласно разделам 10,11,12:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} . \quad (1)$$

13.2 Вычисляют абсолютное значение предела повторяемости, используя относительные значения, приведенные в таблицах 7 и 8:

$$r = 0,01 \cdot (r\text{отн}, \%) \cdot \overline{X} . \quad (2)$$

13.3 Определяют расхождение между двумя параллельными результатами анализа и сравнивают с пределом повторяемости, проверяя условие:

$$|X_1 - X_2| \le r . \quad (3)$$

Если условие (3) выполняется, то оба результата считаются приемлемыми и в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение, вычисленное по формуле (1).

13.4 Если условие (3) не выполняется, получают еще один результат анализа (X_3).

13.5 Сравнивают максимальное расхождение с критической разностью, используя относительные значения, приведённые в таблицах 7 и 8:

$$(X_{max} - X_{min}) \le CR^{(3)}_{0,95} , \quad (4)$$

$$CR^{(3)}_{0,95} = 0,01 \cdot (CR^{(3)}_{0,95\,отн,}\ \%) \cdot \overline{X} .$$

Таблица 7 – Относительные значения пределов повторяемости для двух результатов единичного анализа и критической разности для трех результатов анализа при P=0,95

Титриметрический метод

Диапазон концентраций, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение между двумя результатами анализа), $r_{отн}$, %	Относительное значение критической разности для трех результатов анализа $CR^{(3)}_{0,95\ отн}$, %
От 10 до 100 включ.	17	20
От 100 до 3500 включ.	8	10

Таблица 8 – Относительные значения пределов повторяемости для двух результатов единичного анализа и критической разности для трех результатов анализа при P=0,95

Потенциометрический метод

Диапазон концентраций, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение между двумя результатами анализа), $r_{отн}$, %	Относительное значение критической разности для трех результатов анализа $CR^{(3)}_{0.95\ отн}$, %
От 10 до 100 включ.	17	20
От 100 до 3500 включ.	11	13

13.6 Если условие (4) выполняется, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое трех результатов анализа:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3}{3}. \quad (5)$$

13.7 Если условие (4) не выполняется, то в качестве результата анализа принимают второе наименьшее значение из трех результатов анализа (медиана).

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

14.1 Расхождение между двумя результатами анализа одной и той же пробы, полученными в разных лабораториях ($\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$), не должно превышать абсолютного значения предела воспроизводимости *R*. Абсолютное значение воспроизводимости *R* определяют, используя относительное значение (*R*, %), приведенное в таблицах 9 и 10:

$$R = 0{,}01 \cdot (R_{отн}, \%) \cdot \overline{\overline{X}},\ мг/дм^3, \quad (6)$$

где $\overline{\overline{X}}$ – среднее арифметическое двух результатов анализа, полученных в разных лабораториях:

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X_1} + \overline{X_2}}{2},\ мг/дм^3. \quad (7)$$

Оба результата считаются приемлемыми при выполнении условия:

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le R. \quad (8)$$

В этом случае за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух результатов анализа, полученных в разных лабораториях, по формуле (7).

Таблица 9 – Относительные значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Титриметрический метод

Диапазон концентраций, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), $R_{отн}\overline{\overline{X}}$,%
От 10 до 100 включ.	25
От 100 до 3500 включ.	14

Таблица 10 – Относительные значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Потенциометрический метод

Диапазон концентраций, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), $R_{отн}\overline{\overline{X}}$,%
От 10 до 100 включ.	28
От 100 до 3500 включ.	17

15 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 Результат анализа представляют в виде:

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

где $\overline{X}$ – результат анализа, полученный в соответствии с прописью настоящей методики;

$\pm\Delta$ – абсолютное значение показателя точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot (\pm\delta) \cdot \overline{X}, \qquad (9)$$

где $\pm\delta$ – относительное значение показателя точности методики, приведенное в таблицах 2 и 3.

15.2 Результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, допустимо представлять в виде:

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

где $\pm\Delta_л$ – абсолютное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание – Характеристика погрешности (показатель точности результатов анализа) $\Delta_л$ может быть установлена на основе выражения:

$$\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (10)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

15.3 При представлении результатов анализа указывают:

– количество результатов единичных определений, использованных для расчёта результатов анализа;

– способ определения результата анализа: среднее арифметическое значение или медиана результатов единичного анализа.

16 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

16.1 Основные положения

16.1.1 Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает следующие виды контроля:

– контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратичного отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

16.1.2 Периодический контроль процедуры выполнения анализа исполнителем, а также контроль стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

16.2 Оперативный контроль процедуры анализа

16.2.1 Оперативный контроль процедуры анализа проводят с целью проверки готовности лаборатории к проведению анализа рабочих проб или оценки качества результатов анализа каждой серии рабочих проб, полученных совместно с результатом контрольного измерения. Оперативный контроль проводят в следующих случаях:

– при внедрении методики;

– при выявлении факторов, которые могут повлиять на стабильность результатов анализа (смена реактивов, использование средства измерения после ремонта и т.д.);

– при получении двух из трёх последовательных результатов анализа рабочих проб в виде медианы.

16.2.2. Оперативный контроль процедуры анализа проводит непосредственно исполнитель анализа на основе оценки отдельно взятой контрольной процедуры (K_k) и сравнения результата процедуры с нормативом контроля (K).

16.2.3. Оперативный контроль процедуры анализа проводят по следующей схеме:

проведение контрольного измерения и получение результата контрольной процедуры;

расчёт результата контрольной процедуры (K_k);

расчет норматива контроля (K);

реализация решающего правила контроля – сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля и выводы по результатам контроля.

16.2.4 Оперативный контроль процедуры анализа может быть проведён по одному из алгоритмов: с применением образцов для контроля (по 16.3) или с применением метода добавок (по 16.4).

При организации контроля исполнитель анализа в соответствии с выбранным алгоритмом проведения контрольной процедуры анализа выбирает (при необходимости готовит) средства контроля.

16.2.5 Результаты измерений, полученные при оперативном контроле процедуры анализа, проводимого с каждой серией рабочих проб, могут быть использованы при реализации любой из форм контроля стабильности результатов анализа.

16.3 Оперативный контроль с применением образцов для контроля

16.3.1 В качестве образцов для контроля могут быть использованы стандартные образцы природной воды. Применяемые образцы должны быть адекватны по составу анализируемым пробам вод. Погрешность аттестованного значения образца не должна превышать 1/3 погрешности результатов анализа, получаемых по методике.

16.3.2 Получают результат анализа в соответствии с разделами 10,11,12 настоящей методики. В качестве результата контрольного измерения берут результат анализа образца для контроля, рассчитанный по формуле (1). Если

условие (3) не выполняется, то анализ образца для контроля повторяют, при этом результаты предыдущих анализов отбрасывают. При повторном превышении предела повторяемости (условие (3) – вновь не выполняется), выясняют и устраняют причины появления неудовлетворительной повторяемости результатов анализа. В качестве результата контрольного измерения может быть использовано только среднее арифметическое 2-х результатов анализа образца для контроля, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (условие (3)).

16.3.3 Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = \left| \overline{X} - C \right|, \qquad (11)$$

где $\overline{X}$ – результат контрольного измерения концентрации в образце для контроля;

С – аттестованное значение концентрации гидрокарбонат-ионов в образце для контроля.

16.3.4 Норматив контроля (K) рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л, \qquad (12)$$

где $\pm\Delta_л$ – характеристика погрешности результатов контрольного измерения, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Значение $\Delta_л$ рассчитывается по формуле:

$$\Delta_л = 0{,}84\Delta. \qquad (13)$$

16.3.5 Реализация решающего правила контроля.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, если выполняется условие:

$$\left| K_k \right| \leq K \quad . \qquad (14)$$

При невыполнении этого условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату, и принимают меры к их устранению.

Примечание – Если в рабочей пробе установлено отсутствие гидрокарбонат-ионов на уровне нижней границы диапазона концентраций, установленного методикой анализа, то эта рабочая проба с введённой добавкой гидрокарбонат-ионов $C_д$ может служить образцом для контроля с аттестованным значением $C_д$. При этом оперативный контроль процедуры анализа проводят аналогично с разделами. 16.3.2–16.3.5. В этом случае результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = \overline{X} - C_д, \qquad (15)$$

где $\overline{X}$ *– результат контрольного измерения концентрации гидрокарбонат-ионов в образце для контроля,*

$C_д$ *– величина добавки.*

16.4 Оперативный контроль процедуры анализа с применением метода добавок

16.4.1 Средствами контроля являются пробы стабильного состава и эти же пробы с известной добавкой определяемого компонента. Рабочие пробы для проведения оперативного контроля выбирают таким образом, чтобы концентрация гидрокарбонат-ионов в них находилась в исследуемом диапазоне, указанном в таблицах 2 и 3. Анализируемую пробу делят на 2 части. Одну часть оставляют без изменения, во вторую делают добавку гидрокарбонат-ионов $C_д$, величина добавки должна составлять 100–150% от содержания гидрокарбонат-ионов в пробе. В условиях внутрилабораторной прецизионности (одни и те же реактивы, один и тот же прибор) проводят анализ пробы с введённой добавкой ионов гидрокарбонат-ионов.

16.4.2 В соответствии с разделами 10,11,12 получают результаты контрольных измерений концентрации гидрокарбонат-ионов в рабочей пробе – $X_л$ и в рабочей пробе с внесённой известной добавкой аттестованной смеси гидрокарбонат-ионов – $X_{л+д}$. Проводят проверку приемлемости по разделу 13.

Если для результатов единичного анализа пробы или пробы с добавкой не выполняется условие (3), то повторяют анализ, давший неприемлемые результаты. При повторном превышении предела повторяемости (условие (3) вновь не выполняется), выясняют и устраняют причины появления неудовлетворительной повторяемости результатов анализа.

В качестве результатов контрольных измерений концентрации гидрокарбонат-ионов в пробе и в пробе с добавкой могут быть использованы только средние арифметические двух результатов единичных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (условие (3).

16.4.3. Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_к = \overline{X}_{л+д} - \overline{X}_л - C_д \ . \qquad (16)$$

16.4.4. Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л\,Хл+д} + \Delta^2_{л\,Хл}} \ , \qquad (17)$$

где $\pm\Delta_{Хп+д}$–характеристика погрешности результатов контрольного измерения, соответствующая содержанию гидрокарбонат-ионов в пробе с добавкой, рассчитанная по формуле:

$$\Delta_{ЛХп+д} = 0{,}01 \cdot \delta_{Л} \cdot \overline{X}_{п+д}, \quad (18)$$

$\pm\Delta_{Хп}$ – характеристика погрешности результатов контрольного измерения, соответствующая содержанию гидрокарбонат-ионов в пробе, рассчитанная по формуле:

$$\Delta_{Л\,Хп} = 0{,}01 \cdot \delta_{Л} \cdot \overline{X}_{п}, \quad (19)$$

$\pm\delta_{Л}$ – относительное значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

16.4.5. Реализация решающего правила контроля.

$$|K_k| \le K. \quad (20)$$

При невыполнении этого условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (20) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату, и принимают меры к их устранению.

Приложение А

(обязательное)

ГОСТ Р 51592–2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52501–2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ 8.135–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов-рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

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

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

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

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

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общин технические условия

ГОСТ 3118–77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4234–77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10816–64 Метиловый оранжевый

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17792–72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый, 2-го класса

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794-3–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов

ГОСТ 27025–86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30813-2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения

Приложение Б

(справочное)

Библиография

[1] Дозаторы пипеточные с дискретностью установки доз 0,01-1,00 $см^3$ ТУ 64-1-3329-81

[2] Фильтры обеззоленные ТУ 6.09.1678-86

[3] Соляная кислота, стандарт-титр ТУ 2642-001-33813273-91

[4] Натрия гидроксид, стандарт-титр ТУ 2642-001-33813273-97

[5] Метиловый оранжевый ТУ 6-09-5171-84

[6] Фенолфталеин ТУ 6-09-5360-88

УДК 543.34
Ключевые слова: подземная вода, карбонатная система, карбонат-ионы, гидрокарбонат-ионы, угольная кислота, титриметрический метод, потенциометрический метод.

Руководитель разработки:
доцент кафедры ГИГЭ ТПУ, к.г.- м.н. А.А. Хващевская

Исполнители:
инженер ПНИЛ гидрогеохимии НОЦ «Вода» М.Г. Камбалина

директор Центра метрологии ТПУ, к.х.н. Л.А. Хустенко
инженер-метролог Т.В. Данилова

Центр метрологии ТПУ

metrolog@tpu.ru, тел. (3822)41-67-29

gost.e-ecolog.ru