ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А. А. Соловьянов
"21" марта 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СУЛЬФАТОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ТИТРОВАНИЕМ СОЛЬЮ БАРИЯ В ПРИСУТСТВИИ ОРТАНИЛОВОГО К

ПНД Ф 14.1:2.107-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них массовой концентрации сульфатов в диапазоне от 50 до 300 мг/дм^3 титриметрическим методом без разбавления и концентрирования пробы.

Если массовая концентрация сульфатов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, допускается разбавление пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы концентрация сульфатов соответствовала регламентированному диапазону.

Если массовая концентрация сульфатов в анализируемой пробе меньше 50 мг/дм^3, следует применять другой метод определения.

Определению мешают окрашенные и взвешенные вещества, а также катионы, способные реагировать с ортаниловым К.

Устранение мешающих влияний осуществляется в соответствии с п. 10.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Титриметрический метод определения массовой концентрации сульфатов основан на способности сульфатов образовывать с ионами бария слаборастворимый осадок $BaSO_4$. В точке эквивалентности избыток ионов бария реагирует с индикатором ортаниловым К с образованием комплексного соединения. При этом окраска раствора изменяется из синефиолетовой в зеленовато-голубую.

3. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Значения показателя точности методики используют при:

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

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений массовой концентрации сульфатов, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 50.0 до 300.0 вкл.	14	5	7

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа — ГОСТ 24104-2001

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа — ГОСТ 24104-2001

СО с аттестованным содержанием сульфатов с погрешностью не более 1 % при P = 0.95

Колбы мерные, наливные — ГОСТ 1770

2-100-2
2-250-2
2-500-2

Пипетки градуированные — ГОСТ 29227

1(3)-1-2-1
1(3)-1-2-2
1(3)-1-2-5
1(3)-1-2-10

Пипетки с одной меткой — ГОСТ 29169

2-2-5
2-2-10
2-2-25
2-2-50
2-2-100

Бюретка — ГОСТ 29251

1-3-2-5-0,02

Цилиндры мерные или мензурки 1(3)-25 1(3)-100 1(3)-500 1(3)-1000	ГОСТ 1770

4.2. Вспомогательные устройства

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130°С	
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8	ГОСТ 25336
СВ-34/12	
Стаканы химические Н-1-250 ТХС В-1-500 ТХС	ГОСТ 25336
Колбы конические Кн-2-100 ХС Кн-2-250 ХС	ГОСТ 25336
Кн-2-500 ТС	
Колба с тубусом 1-500	ГОСТ 25336
Воронки лабораторные В-75-110 ХС	ГОСТ 25336
Воронка Бюхнера 1	ГОСТ 9147
или воронка фильтрующая с пористой пластинкой ВФ-1-32(40)-ПОР 100(160) ТХС	ГОСТ 25336
Эксикатор	ГОСТ 25336
Колонка хроматографическая диаметром 1,5-2,0 см и длиной 25-30 см	
Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47	ТУ-3616-001-32953279-97

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерения и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.п. 4.1 и 4.2.

4.3. Реактивы и материалы

Хлорид бария	ГОСТ 4108
Сульфат калия	ГОСТ 4145
Ортаниловый К, тринатриевая соль	ТУ 6-09-05-587
Соляная кислота	ГОСТ 3118
Гидроксид натрия	ГОСТ 4328
Спирт этиловый или	ГОСТ 18300
ацетон	ГОСТ 2603
Катионит сильнокислотный КУ-2	ГОСТ 20298
Уголь активированный	ГОСТ 6217
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181
Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм)	ТУ6-55-221-1029-89
или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже ч.д.а.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, вла-

деющий техникой титриметрического метода анализа.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±6)°С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- частота переменного тока (50±1) Гц;
- напряжение в сети (220±22) В.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1. Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

8.2. Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты, а затем дистиллированной водой.

8.3. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые емкости. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 200 $см^3$.

8.4. Пробы хранят при температуре 3 - 4°С. Рекомендуется выполнять определение в течение 7 дней после отбора.

Если в воде присутствуют заметные количества других соединений минеральной или органической серы, определение необходимо выполнить не позднее 1 суток после отбора проб.

8.5. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Приготовление растворов и реактивов

9.1.1. Раствор хлорида бария, 0,02 моль/$дм^3$ эквивалента.

1,22 г $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ растворяют в 450 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой склянке не более 6 мес.

Точную концентрацию раствора определяют титрованием стандартного раствора сульфата калия (п. 9.2) не реже 1 раза в месяц.

9.1.2. Стандартный раствор сульфата калия с концентрацией 0,0200 моль/дм^3 эквивалента.

0,4357 г K_2SO_4, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105-110°С, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде не более 6 мес.

9.1.3. Раствор ортанилового К, 0,05 %.

25 мг ортанилового К растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды. Хранят в склянке из темного стекла не более 10 суток при комнатной температуре и не более 1 месяца в холодильнике.

9.1.4. Раствор соляной кислоты, 4 моль/дм^3.

170 см^3 концентрированной соляной кислоты смешивают с 330 см^3 дистиллированной воды.

9.1.5. Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм^3.

К 250 см^3 раствора соляной кислоты 4 моль/дм^3 приливают 750 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

Растворы соляной кислоты устойчивы при хранении в плотно закрытой посуде в течение 1 года.

9.1.6. Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм^3.

40 г NaOH растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

9.1.7. Раствор гидроксида натрия, 0,4 %.

2 г гидроксида натрия растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

Растворы гидроксида натрия устойчивы при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде в течение 2 мес.

9.1.9. Активированный уголь.

Подготовку активированного угля проводят в соответствии с Приложением А.

9.1.8. Катионит в H^+-форме.

Подготовку катионита проводят в соответствии с Приложением А.

9.2. Установление точной концентрации раствора хлорида бария

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 4 см^3 стандартного раствора сульфата калия (п. 9.1.2), добавляют 6 см^3 воды и доводят pH раствора до 4 раствором соляной кислоты. Добавляют 15 см^3 этилового спирта или ацетона, 0,3 см^3 раствора ортанилового К и титруют раствором хлорида бария при постоянном перемешивании до перехода окраски из сине-фиолетовой в зеленовато-голубую. Титрование проводят медленно, особенно вблизи точки эквивалентности, и продолжают до тех пор, пока фиолетовая окраска не будет возвращаться в течение 2-3 мин.

Повторяют титрование и при отсутствии расхождения в объемах титранта более 0,02 $см^3$ за результат титрования принимают среднее арифметическое.

Точную концентрацию раствора хлорида бария находят по формуле:

$$C_{Ba} = \frac{C_K \cdot V_K}{V_{Ba}},$$

где C_{Ba} - концентрация раствора хлорида бария, моль/$дм^3$ эквивалента;
C_K - концентрация раствора сульфата калия, моль/$дм^3$ эквивалента;
V_K - объем раствора сульфата калия, $см^3$;
V_{Ba} - объем раствора хлорида бария, израсходованный на титрование раствора сульфата калия, $см^3$.

10. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют предварительным фильтрованием пробы.

Если проба воды заметно окрашена за счёт присутствия веществ природного или антропогенного происхождения, затрудняется фиксация конечной точки титрования. В этом случае пробу перед выполнением анализа следует пропустить со скоростью 4 - 6 $см^3$/мин через хроматографическую колонку, заполненную активированным углем (высота слоя 12 - 15 см). Первые 25 - 30 $см^3$ пробы, прошедшей через колонку, отбрасывают.

Если в пробе присутствует активный хлор, его удаляют нагреванием пробы. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают анализируемую воду до метки, затем переносят пробу из колбы в стакан вместимостью 250 $см^3$ и кипятят 10-15 мин. После охлаждения пробу возвращают в мерную колбу, стакан ополаскивают 1 - 2 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем пробы в колбе до метки.

Мешающее влияние катионов устраняют обработкой пробы катионитом.

11. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Непосредственно перед выполнением анализа отфильтровывают на воронке через неплотный бумажный фильтр 5 - 10 г катионита в H^+-форме, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и споласкивают 20-25 $см^3$ анализируемой воды.

Вносят в колбу с катионитом 50 - 70 $см^3$ анализируемой воды и выдерживают пробу в течение 10 мин, периодически встряхивая колбу. Затем дают катиониту осесть и отбирают пипеткой 10 $см^3$ воды в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Проверяют pH и, если необходимо, доводят его величину раствором гидроксида натрия 1 моль/$дм^3$ примерно до 4 по

индикаторной бумаге. Добавляют 15 см^3 этилового спирта или ацетона, 0,3 см^3 раствора ортанилового К и титруют раствором хлорида бария при постоянном перемешивании содержимого колбы до перехода окраски из сине-фиолетовой в зеленовато-голубую.

В начальной стадии титрования, особенно в пробах с невысоким содержанием сульфатов, окраска изменяется уже после первых капель хлорида бария. Вследствие этого титрование следует проводить медленно, при энергичном перемешивании, продолжая его до тех пор, пока сине-фиолетовая окраска не будет возвращаться в течение 2-3 мин.

Повторяют титрование и, если расхождение между параллельными титрованиями не превышает 0,04 см^3, за результат принимают среднее значение объёма раствора хлорида бария. В противном случае повторяют титрование до получения допустимого расхождения результатов.

12. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Массовую концентрацию сульфатов в анализируемой пробе воды находят по формуле:

$$X = \frac{48{,}03 \cdot V \cdot C_{Ba} \cdot 1000}{V_1} - X_0,$$

где X - массовая концентрация сульфатов в воде, мг/дм^3;

V - объем раствора хлорида бария, израсходованного на титрование пробы, см^3;

C_{Ba} - концентрация раствора хлорида бария, моль/дм^3 эквивалента;

X_0 - поправка, равная 5,0 мг/дм^3 в диапазоне массовых концентраций сульфатов 50 – 100 мг/дм^3; при концентрациях выше 100 мг/дм^3 $X_0 = 0$;

V_1 - объем пробы воды, взятый для титрования после катионирования, см^3.

48,03 – молярная масса эквивалента SO_4^{2-}, г/моль.

Если массовая концентрация сульфатов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (300 мг/дм^3), отбирают аликвоту катионированной пробы, разбавляют ее дистиллированной водой с таким расчетом, чтобы массовая концентрация сульфатов входила в регламентированный диапазон, отбирают 10 см^3 и выполняют титрование в соответствии с п. 11.

В этом случае массовую концентрацию сульфатов в анализируемой пробе воды X находят по формуле:

$$X = X_V \frac{V_V}{v},$$

где X_V - массовая концентрация сульфатов в разбавленной пробе воды, мг/дм^3;

v - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см^3;

V_V - объем пробы воды после разбавления, см^3.

12.2. За результат анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2:

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости при P=0.95.

Значение r при P=0.95 для всего регламентированного диапазона массовых концентраций сульфатов составляет 14 %.

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

Значение предела воспроизводимости R при P=0.95 для всего регламентированного диапазона измерений массовой концентрации сульфатов составляет 20 %.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta, \; P=0.95,$$

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$\Delta = 0.01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Если проводилось разбавление пробы воды из-за превышения массовой концентрации сульфатов верхней границы диапазона, значение δ выбирают из таблицы 1 для массовой концентрации сульфатов в разбавленной пробе воды X_V.

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

$X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0.95,

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

14.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $X'_{ср}$ - результат анализа массовой концентрации сульфатов в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

$X_{ср}$ - результат анализа массовой концентрации сульфатов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации сульфатов в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводя-

щие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14.2. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C |,$$

где $C_{ср}$ - результат анализа массовой концентрации сульфатов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0.84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (3)$$

При невыполнении условия (3) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка катионита (перевод в H^+-форму) и активированного угля

А.1. Первичная обработка катионита

Свежий, не использовавшийся ранее катионит, заливают дистиллированной водой для набухания. На следующий день воду сливают и на 24 часа заливают катионит раствором соляной кислоты 4 моль/дм^3. Окрасившийся раствор соляной кислоты сливают, промывают катионит 2-3 раза дистиллированной водой декантацией и снова повторяют обработку катионита раствором соляной кислоты до тех пор, пока он перестанет окрашиваться в желтый цвет.

А.2. Тренировка катионита

80-100 г катионита, обработанного раствором соляной кислоты, помещают в воронку для фильтрования с колбой Бунзена и последовательно промывают раствором гидроксида натрия 1 моль/дм^3, дистиллированной водой, раствором соляной кислоты 1 моль/дм^3, и снова водой. Объем жидкости при каждой обработке должен составлять около 100 см^3. Промывание катионита дистиллированной водой осуществляют при включенном вакууме.

Так проводят 10-12 циклов обработки катионита. После последней обработки кислотой катионит отмывают дистиллированной водой до pH 6 (контроль индикаторной бумагой). Хранят катионит под слоем дистиллированной воды в течение 3 мес.

А.3. Регенерация катионита

Отработанный катионит собирают в склянку, сливают лишнюю воду и обрабатывают раствором соляной кислоты 4 моль/дм^3 (объем его должен примерно в 5 раз превышать объем катионита), встряхивая склянку 8-10 раз в течение 8-10 мин. Раствор соляной кислоты сливают и катионит отмывают декантацией дистиллированной водой до pH 6.

А.4. Подготовка активированного угля

Порцию активированного угля, достаточную для заполнения колонки, помещают в коническую колбу, добавляют 100-150 см^3 раствора соляной кислоты 4 моль/дм^3 и кипятят 2-3 ч. Если раствор кислоты окрашивается, повторяют операцию до тех пор, пока он не останется бесцветным. Уголь отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по

универсальной индикаторной бумаге, добавляют 100-150 $см^3$ раствора гидроксида натрия 1 моль/$дм^3$ и выдерживают 8-10 ч. Если появляется окраска, операцию повторяют.

Очищенный уголь отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции. Хранят в склянке с дистиллированной водой до 6 мес.

Для заполнения колонки склянку встряхивают и переносят уголь вместе с водой в колонку, избыток воды сливают через кран. Высота слоя угля должна быть 12 - 15 см. Перед пропусканием пробы воду из колонки удаляют.

После пропускания каждой пробы воды уголь в колонке регенерируют промыванием 0,4 % раствором гидроксида натрия до исчезновения окраски последнего, затем дистиллированной водой до нейтральной реакции.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY»- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, лаб. 224	Факс: (3432) 502-117 Телефон: (3432) 502-295 E-mail: gost.e-ecolog.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-117 Phone: (3432) 502-295 E-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.133 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовых концентраций сульфатов в пробах природных и очищенных сточных вод титрованием солью бария в присутствии ортанилового К,*
разработанная *ООО НПП «Аквастест» (г. Ростов-на-Дону),*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1.Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 50 до 300 вкл.	5	7	14

2.Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 50 до 300 вкл.	20

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 01.06.2004 г.
Срок действия до 01.06.2009 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

2213

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.02.97/2008

Методика выполнения измерений массовых концентраций сульфатов в пробах
наименование измеряемой величины; объекта
природных и очищенных сточных вод титрованием солью бария в присутствии
органилового К,
и метода измерений
разработанная ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ,
по разработке методики выполнения измерений
теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией Е.И. Терентьев

Дата выдачи: 27.10.2008 г.

Срок действия:

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская.4
тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: gost.e-ecolog.ru

Приложение к свидетельству № 223.1.01.02.97/2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовых концентраций сульфатов
в пробах природных и очищенных сточных вод
титрованием солью бария в присутствии ортанилового К

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 50 до 300 включ.	5	7	14

2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 50 до 300 включ.	20

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений;

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ» О.В. Кочергина



gost.e-ecolog.ru

* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k =2