

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя

Государственного комитета РФ

по охране окружающей среды



А. А. Соловьянов А. А. Соловьянов

«*мая*» _____ 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СУЛЬФАТОВ
В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД
ТИТРОВАНИЕМ СОЛЬЮ СВИНЦА В ПРИСУТСТВИИ ДИТИЗОНА

ПНД Ф 14.1:2.108-97

Методика допущена для целей государственного экологического
контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2004 г.)

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/дм³ 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/дм³, следует применять другой метод определения.

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

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 свинца слаборастворимый осадок PbSO₄. В точке эквивалентности избыток ионов свинца реагирует с дитизином с образованием комплексного соединения. При этом окраска раствора изменяется из сине-зеленой в красно-фиолетовую.

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 _г , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _г , % |
|------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 50.0 до 300.0 вкл. | 16 | 5 | 8 |

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)-1-2-2

1(3)-1-2-5

1(3)-1-2-10

Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29169

2-2-5

2-2-10

Бюретка

ГОСТ 29251

1-3-2-5-0,02

Цилиндры мерные или мензурки

ГОСТ 1770

1(3)-50

1(3)-100

1(3)-500

1(3)-1000

4.2. Вспомогательные устройства

| | |
|---------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| Плитка электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева | ГОСТ 14919 |
| Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130°C | |
| Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8 | ГОСТ 25336 |
| СВ-34/12 | |
| Стаканы химические Н-1-250 ТХС | ГОСТ 25336 |
| В-1-500 ТХСВ-1-1000 ТХС | |
| Колбы конические Кн-2-100 ХС | ГОСТ 25336 |
| Кн-2-250 ХС | |
| 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 | ГОСТ 25336 |
| ВФ-1-32(40)-ПОР 100(160) ТХС | |
| Эксикатор | ГОСТ 25336 |
| Ступка фарфоровая с пестиком № 4 | ГОСТ 9147 |
| 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

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| Нитрат свинца | ГОСТ 4236 |
| Сульфат калия | ГОСТ 4145 |
| Дитизон | ГОСТ 10165 |
| Соляная кислота | ГОСТ 3118 |
| Гидроксид натрия | ГОСТ 4328 |
| Спирт этиловый или ацетон | ГОСТ 18300 ГОСТ 2603 |
| Катионит сильнокислотный КУ-2 | ГОСТ 20298 |
| Уголь активированный | ГОСТ 6217. |
| Бензойная кислота | |
| Бумага индикаторная универсальная | ТУ 6-09-1181 |
| Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм) или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» | ТУ6-55-221-1029-89 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 $(22\pm 6)^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84-106)$ кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°C ;
- 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 $3 - 4^\circ\text{C}$. 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 нитрата свинца, $0,02$ моль/дм³ эквивалента.*

$1,66$ г нитрата свинца 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 из темного стекла 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/дм³ эквивалента.

0,4357 г K₂SO₄, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105-110°C, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой посуде не более 6 мес.

9.1.3. Индикатор.

0,1 г дитизона растирают в 5 г бензойной кислоты в фарфоровой ступке. Хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла в течение 6 мес.

9.1.4. Раствор соляной кислоты, 4 моль/дм³.

170 см³ концентрированной соляной кислоты смешивают с 330 см³ дистиллированной воды.

9.1.5. Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм³.

К 250 см³ раствора соляной кислоты 4 моль/дм³ приливают 750 см³ 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/дм³.

40 г NaOH растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

9.1.7. Раствор гидроксида натрия, 0,4 %.

2 г гидроксида натрия растворяют в 500 см³ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

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

9.1.8. Активированный уголь.

Подготовку активированного угля проводят в соответствии с Приложением А.

9.1.9. Катионит в H⁺-форме.

Подготовку катионита проводят в соответствии с Приложением А.

9.2. Установление точной концентрации раствора нитрата свинца

В коническую колбу вместимостью 100 см³ вносят 4 см³ стандартного раствора сульфата калия (п. 9.1.2), добавляют 6 см³ воды и доводят рН раствора до 4 раствором соляной кислоты. Добавляют 30 см³ этилового спирта или ацетона и индикатора в таком количестве, чтобы раствор был сине-зеленого цвета. Пробу титруют раствором нитрата свинца при постоянном перемешивании до перехода окраски в красно-фиолетовую, не исчезающую при стоянии.

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

Точную концентрацию раствора нитрата свинца находят по формуле:

$$C_{\text{Pb}} = \frac{C_{\text{K}} \cdot V_{\text{K}}}{V_{\text{Pb}}},$$

где C_{Pb} - концентрация раствора нитрата свинца, моль/дм³ эквивалента;
 C_{K} - концентрация раствора сульфата калия, моль/дм³ эквивалента;
 V_{K} - объем раствора сульфата калия, см³;
 V_{Pb} - объем раствора нитрата свинца, израсходованный на титрование раствора сульфата калия, см³.

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 см³/мин через хроматографическую колонку, заполненную активированным углем (высота слоя 12 - 15 см). Первые 25 - 30 см³ пробы, прошедшей через колонку, отбрасывают.

Если в пробе присутствует активный хлор, его удаляют нагреванием пробы. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают анализируемую воду до метки, затем переносят пробу из колбы в стакан вместимостью 250 см³ и кипятят 10-15 мин. После охлаждения пробу возвращают в мерную колбу, стакан ополаскивают 1 - 2 см³ 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 Н⁺-форме, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см³ и споласкивают 20-25 см³ анализируемой воды.

Вносят в колбу с катионитом 50 - 70 см³ анализируемой воды и выдерживают пробу в течение 10 мин, периодически встряхивая колбу. Затем дают катиониту осесть и отбирают пипеткой 10 см³ воды в коническую колбу вместимостью 100 см³. Добавляют 30 см³ этилового спирта или ацетона и индикатора в таком количестве, чтобы раствор был сине-зеленого

цвета. Пробу титруют раствором нитрата свинца при постоянном перемешивании содержимого колбы до перехода окраски в красно-фиолетовую.

Вблизи точки эквивалентности раствор нитрата свинца прибавляют по одной капле, интенсивно встряхивая пробу до тех пор, пока перестанет возвращаться синяя окраска раствора.

Повторяют титрование и, если расхождение между параллельными титрованиями не превышает $0,04 \text{ см}^3$, за результат принимают среднее значение объема раствора нитрата свинца. 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:

$$X = \frac{48,03 \cdot V \cdot C_{\text{Pb}} \cdot 1000 \cdot 0,95}{V_1},$$

- где X - массовая концентрация сульфатов в воде, мг/дм^3 ;
 V - объем раствора нитрата свинца, израсходованного на титрование пробы, см^3 ;
 C_{Pb} - концентрация раствора нитрата свинца, моль/дм^3 эквивалента;
 $0,95$ - поправка, учитывающая систематическую погрешность определения;
 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_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2 :

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq r \cdot (X_1 + X_2)/200 \quad (1)$$

где r - предел повторяемости при $P=0.95$.

Значение r при $P=0.95$ для всего регламентированного диапазона массовой концентрации 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 22 %.

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_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X_{cp} \pm \Delta, P=0.95,$$

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}.$$

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_i .

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

$$X_{cp} \pm \Delta_n, P=0.95,$$

при условии $\Delta_n < \Delta$,

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

$\pm \Delta_n$ - 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_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_{\kappa} = | X'_{cp} - X_{cp} - C_{\delta} |,$$

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

C_{δ} - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\lambda, X'_{cp}}^2 + \Delta_{\lambda, X_{cp}}^2},$$

где $\Delta_{\lambda, X'_{cp}}$, $\Delta_{\lambda, X_{cp}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации кальция 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: $\Delta_{\lambda} = 0.84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_{\kappa} \leq K \tag{2}$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие 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_{κ} с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | C_{cp} - C |,$$

где C_{cp} - 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:

$$K = \Delta_n,$$

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (3)$$

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/дм³. 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/дм³, дистиллированной водой, раствором соляной кислоты 1 моль/дм³, и снова водой. Объем жидкости при каждой обработке должен составлять около 100 см³. Промывание катионита дистиллированной водой осуществляют при включенном вакууме.

Так проводят 10-12 циклов обработки катионита. После последней обработки кислотой катионит отмывают дистиллированной водой до рН 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/дм³ (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 рН 6.

А.4. Подготовка активированного угля

Порцию активированного угля, достаточную для заполнения колонки, помещают в коническую колбу, добавляют 100-150 см³ раствора соляной кислоты 4 моль/дм³ 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 см³ раствора гид-

роксида натрия 1 моль/дм³ 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 НАУЧНО-МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, л/б. 224

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia

Факс: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.132 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовых концентраций сульфатов в пробах природных и очищенных сточных вод титрованием солью свинца в присутствии дитиона.
разработанная ООО НПП «АкваТест» (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 | 8 | 16 |

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. | 22 |

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 внутрिलाбораторной 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



2211

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
Государственный научный метрологический центр
ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.02.95 / 2008

Методика выполнения измерений массовых концентраций сульфатов в пробах
наименование измеряемой величины; объекта
природных и очищенных сточных вод титрованием солью свинца в присутствии дитизона,
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

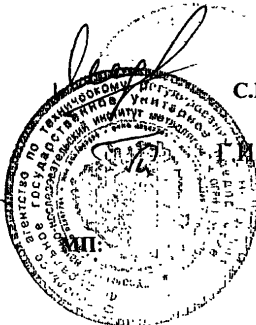
Зав. лабораторией

Г.М. Терентьев

Дата выдачи:

27.10.2008 г.

Срок действия:



**Приложение к свидетельству № 223.1.01.02.95/2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовых концентраций сульфатов
в пробах природных и очищенных сточных вод
титрованием солью свинца в присутствии дитизона**

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 | 8 | 16 |

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

| Диапазон измерений, мг/дм ³ | Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R , % |
|----------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 50 до 300 включ. | 22 |

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»

Ю. В. Кочергина О.В. Кочергина

