

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков
Г.М. Цветков

август
2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

**ЗНАЧЕНИЯ ВОДОРОДНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ (рН) ТВЕРДЫХ
И ЖИДКИХ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ, ОСАД-
КОВ, ШЛАМОВ, АКТИВНОГО ИЛА, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ
ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

ПНД Ф 16.2.2:2.3:3.33-02

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда
по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2005.01764



МОСКВА 2002г.

(издание 2017 г.)

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФГУ «ФЦАО»).

Протокол заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 15 августа 2005г.

Директор



Г.М.Цветков

Методика аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации

№ 27-05 от 22 апреля 2005 года.

Методика внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Регистрационный код реестре ФИФ

ФР.1.31.2005.01764.

Актуализированное издание 2017г. с изменениями №1, взамен издания 2005г.



Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для выполнения измерений значения водородного показателя (рН) твердых и жидких отходов производства и потребления, осадков, шламов, активного ила, донных отложений природных и искусственно созданных водоемов потенциометрическим методом.

Диапазон измерений рН (1 - 14).

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в соответствии с методикой анализа значение погрешности (и её составляющих) результатов анализа не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1- Метрологические характеристики

Диапазон измерений водородного показателя, ед. рН	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, ед.рН, при $P=0,95$	Показатель воспроизводимости (средне-квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , ед. рН
От 1,0 до 14,0 вкл.	0,1	0,05

3 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОМУ ОБОРУДОВАНИЮ, ПОСУДЕ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

3.1 Средства измерений

3.1.1 Ионмер или рН-метр универсальный любого типа (например, рН-метр-милливольтметр рН-121, ионмер универсальный ЭВ-74) с термокомпенсатором, обеспечивающий измерение рН в диапазоне 1-14 с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,05$ ед.рН по ГОСТ 27987-88.

3.1.2 Электрод стеклянный комбинированный (например, ЭСЛ-43-07, ЭСЛ-63-07) по ГОСТ 22261-94 и ТУ 25-05.2234 -77.

Примечание - При эксплуатации методики в диапазоне рН уже, чем указан в разделе 1, допускается использование электродов других типов с более узким диапазоном измерений (например, ЭСК-10601, ЭСК-10602) по ГОСТ 22261-94 и ТУ 4215-012-35918409-2009.

3.1.3 Электрод сравнения (например, ЭСр-10101, ЭСр-10102) по ГОСТ 22261-94 и ТУ 4215-020-89650280-2009.

3.1.4 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

- 3.1.5 Колбы мерные 1-100-2 по ГОСТ 1770-74.
- 3.1.6 Пипетки с одной отметкой 1-2-10 по ГОСТ 29169-91.
- 3.1.7 Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- 3.1.8 Стандарт-титры для приготовления буферных растворов по ГОСТ 8.135-2004.

3.2 Вспомогательное оборудование и посуда

- 3.2.1 Воронки стеклянные В-75-110, В-100-150 по ГОСТ 25336-82.
- 3.2.2 Стаканы В-1-50 ТС, В-1-400 ТС, В-1-1000 ТС по ГОСТ 25336-82.
- 3.2.3 Колбы конические Кн-1-500-40 ТХС по ГОСТ 25336-82.
- 3.2.4 Мешалка магнитная.
- 3.2.5 Насос водоструйный вакуумный по ГОСТ 25336-82.
- 3.2.6 Ёмкости стеклянные (пластиковые) с плотно закручивающейся крышкой или пакеты пластиковые для отбора и хранения проб, вместимостью не менее 1000 см³ (для жидких проб не менее 2 дм³).
- 3.2.7 Часы или таймер.
- 3.2.8 Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498-90.
- 3.2.9 Плитка электрическая закрытого типа по ГОСТ 14919- 83.
- 3.2.10 Встряхиватель лабораторный произвольной конструкции.

3.3 Реактивы и материалы

- 3.3.1 Калий хлористый, квалификации "х.ч" по ГОСТ 4234-77.
- 3.3.2 Кислота соляная, квалификации "х.ч" по ГОСТ 3118-77.
- 3.3.3 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51999-2002 или ГОСТ 5962-2013.
- 3.3.4 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 52501-2005.
- 3.3.5 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76.
- 3.3.6 Вата медицинская по ГОСТ 5556-81.
- 3.3.7 Марля медицинская по ГОСТ 9412-93.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденного типа, вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов (в т.ч. импортных), метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на получении водных вытяжек твёрдых и пастообразных объектов (почв, грунтов, донных отложений, ила, осадков сточных вод, шла-

мов, твердых отходов), получении фильтратов жидких объектов (жидких отходов, донных отложений, ила, осадков, шламов) с последующим измерением в водных вытяжках и фильтратах разности потенциалов, возникающих на границах между внешней поверхностью стеклянной мембраны электрода и исследуемым раствором с одной стороны и внутренней поверхностью мембраны и стандартным раствором - с другой.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении анализов соблюдают требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 При работе с электроустановками необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности по инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004-15.

5.5 Помещения лаборатории должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-08.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование и (или) опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

7 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

Атмосферное давление, кПа	(84 – 106)
(мм рт.ст.)	(730 – 780)
Температура воздуха, °С	(20 ± 5)

Относительная влажность воздуха, %	не более 80
Напряжение питания электросети, В	(220 \pm ²² ₃₃)
Частота переменного тока, Гц	(50 \pm 1)

8 ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

8.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.4.02-84 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа», ГОСТ 27753.1-88 «Грунты тепличные. Методы отбора проб», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность», а также в соответствии с методическими рекомендациями ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-03 «Отбор проб почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, шламов промышленных сточных вод, отходов промышленного производства и потребления» и других нормативных документов, утвержденных и применяемых в установленном порядке.

8.2 Отбор проб технологических отходов

Пробы жидких технологических отходов отбирают с учетом конструкций технологического оборудования, аппаратов, емкостей временного накопления и хранения.

Пробы с технологических площадок накопления и временного хранения твердых, сыпучих отходов отбирают с учетом конструктивных особенностей (глубины, объема, доступности) послойно и не менее чем с пяти точек.

Общий объем отобранных жидких проб должен быть не менее 2 дм³.

Общая масса отобранных твердых проб должна быть не менее 1 кг.

Примечание – Если технологическим регламентом предусмотрены иные требования к отбору проб из технологического оборудования, то пробы отбирают с учетом этих требований, а так же с учетом требований к материалу пробоотборников, емкостей для хранения проб, герметичности и т.д.

8.3 Транспортировка и хранение проб

При транспортировке пробы предохраняют от нагревания.

Определение pH проводят не позднее чем через 24 часа после отбора проб.

При невозможности обеспечения данного условия, пробы хранят в герметично упакованными не более одной недели при температуре (2-8) °С.

Пробы не консервируют.

Примечание - При проведении измерений рН специфических, нестабильных проб условия транспортировки и хранения регламентируют внутренними документами лаборатории.

8.4 Подготовка представительной пробы твердых объектов (почв, грунтов, отходов, осадков, шламов и т.д.)

8.4.1. Пробы твердых объектов (почв, грунтов, отходов, осадков и шламов с иловых и шламовых площадок и т.д.), отобранные в соответствии с 8.1, 8.2, тщательно измельчают и перемешивают до однородного состояния следующим образом:

объединенную пробу (не менее 1 кг) тщательно перемешивают перекатыванием на гладкой, гибкой и плотной подстилке (полиэтиленовой пленке), разравнивают совком, а затем осматривают и разрыхляют. В случае обнаружения крупных частиц их измельчают с помощью пестика, шпателя, режут ножницами и т.д. до достижения размера менее 10 мм.

Примечания

1 Процедуры оценки размеров частиц регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики анализируемых объектов (рассев на ситах, оптические анализаторы, палетки – шаблоны, измерительные лупы и т.п.).

2 При наличии в пробах крупных неизмельчаемых объектов, непригодных для приготовления водных вытяжек, их изымают из пробы, и, при необходимости, проводят процедуры получения смывов, которые регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики объектов.

3 При анализе твердых сухих проб не поддающихся измельчению в соответствии с процедурами, приведёнными в п. 8.4.1. процедуры измельчения проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 11454-15

8.4.2. Подготовленную по 8.4.1 пробу делят на две части. Одну из частей (не менее 0,5 кг) возвращают в ёмкость для хранения в качестве резервной пробы (срок и условия хранения в соответствии с 8.3), а оставшуюся часть (не менее 0,5 кг) пробы сокращают методом квадратурования. Для этого тщательно перемешанную пробу разравнивают на гладкой ровной поверхности на клеенке или полиэтиленовой пленке и делят на равные квадраты (6-9 квадратов). Затем из центра квадратов отбирают примерно одинаковые количества пробы, обеспечивая захват всей толщины слоя, и объединяют их. Масса представительной пробы должна составлять не менее 120 г.

8.5 Подготовка проб жидких и пастообразных объектов (отходов, осадков, шламов и т.д.)

Пробы жидких и пастообразных объектов (отходов, осадков, шламов и т.д.), отобранные в соответствии с 8.1, 8.2, тщательно гомогенизируют и отбирают не менее 500 см³ представительной пробы для анализа. Такой же объём пробы отбирают и хранят в качестве резервной (срок и условия хранения в соответствии с 8.3).

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Приготовление стандартных буферных растворов с рН=1,68, рН=6,86, рН=9,18

Стандартные буферные растворы готовят из стандарт-титров в соответствии с инструкцией.

В случае измерения рН раствора, превышающего указанный диапазон значений стандартных буферных растворов, применяют буферные растворы, охватывающие диапазон измерений.

Допускается применение буферных растворов, которые готовят согласно ГОСТ 8.135-2004, в рабочем диапазоне значений рН.

Буферные растворы хранят в плотно закрытой полиэтиленовой (щелочные) или стеклянной посуде.

Срок годности растворов – 1 месяц.

9.2 Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ для подготовки электрода

В мерную колбу вместимостью 100 см³, наполовину заполненную дистиллированной водой, пипеткой вместимостью 1 см³ приливают 0,81 см³ концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см³) и доводят объём до метки дистиллированной водой. Перемешивают и охлаждают.

Раствор хранят в стеклянной посуде.

Срок годности раствора – 6 месяцев.

9.3 Подготовка электрода сравнения (вспомогательного)

9.3.1 Концентрацию электролита (КСl) в потенциалообразующем полуэлементе электрода (моль/дм³) устанавливают по паспорту на электрод.

9.3.2 Для заполнения электрода применяют электролит с составом, соответствующим его внутреннему раствору. Электролит готовят, растворяя навеску хлорида калия в 500 см³ дистиллированной воды в соответствии с таблицей.

Таблица 2- Состав электролита.

Молярная концентрация КСl, моль/дм ³	Навеска КСl, г
4,2 (насыщ.)	160,000
3,5	130,453
3,0	111,825

Навеску КСl, соответствующую концентрации электролита, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают (300-400) см³ дистиллированной воды. Нагревают раствор до температуры (60±2) °С и перемешивают до полного растворения кристаллов КСl. Охлаждают раствор до температуры (20±2) °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

9.3.3. Проводят разборку, заполнение и сборку электрода в точном соответствии с Инструкцией по заполнению электрода сравнения электролитом, приведенной в паспорте к электроду.

Снимают с электрода защитный колпачок и промывают нижнюю часть электрода дистиллированной водой. Проверяют уровень электролита в электроде. Электрод должен быть заполнен не менее чем на 2/3 раствором электролита.

9.4 Подготовка стеклянного (измерительного) электрода

Помещают рабочую мембрану (шарик) электрода в раствор соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и выдерживают в нем не менее 8 часов.

При использовании электродов других марок подготовку проводят в строгом соответствии с паспортами к электродам.

9.5 Настройка иономера.

9.5.1 Перед включением прибора проверяют его "механический нуль". При необходимости корректором нуля прибора устанавливают стрелку на начальную отметку.

9.5.2 Подсоединяют электроды и термокомпенсатор к соответствующим гнездам на задней панели прибора. Переключатель рода термокомпенсации устанавливают в положение "авт." Устанавливают электроды в держатель штатива. Регулируют положение держателя и столика (мешалки) на штативе таким образом, чтобы электроды при погружении в стакан не доходили до дна на 4 – 6 мм.

9.5.3 Включают прибор и дают прогреться в течение 30 минут. Проверяют "электрический нуль". Нажимают кнопки "рН" и "1-14". Кнопки "1-4" и "9-14" нажимают при измерении рН буферных растворов и анализируемых проб в соответствующих диапазонах.

9.5.4 Выполняют настройку рН-метра по стандартным буферным растворам с рН=1,68 и рН=9,18. Для этого стаканчик с буферным раствором помещают под термокомпенсатор, измерительный стеклянный и вспомогательный хлор-серебряный электроды устанавливают так, чтобы раствор полностью покрывал шарик стеклянного электрода. Нижний конец хлорсеребряного электрода должен быть ниже шарика стеклянного электрода. На поверхности шарика не должно быть пузырьков воздуха. Термокомпенсатор должен быть погружен в раствор на глубину не менее 30 мм.

Включают магнитную мешалку.

Измеряют рН буферного раствора, спустя 2 - 3 минуты повторяют измерение. Если оба значения совпадают, то потенциал электрода считают установленным и приступают к подстройке прибора. При этом ручкой "калибровка" производят подстройку прибора на растворе с рН = 1,68, а ручкой "крутизна" - на растворе с рН = 9,18.

Электрод между измерениями тщательно ополаскивают дистиллированной водой, снимают ее капли чистой фильтровальной бумагой и ополаскивают 2 раза небольшими порциями нового буферного раствора. Проверяют показания рН-метра по буферному раствору с рН = 6,86.

Примечание - В 9.5.1-9.5.4 описан порядок подготовки к работе иономера типа рН-121 (ЭВ-74). При использовании иономеров или рН-метров других типов их подготовку и настройку производят в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.5.5 После проверки и коррекции прибора электроды, термокомпенсатор и стаканчик тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Остатки с электродов удаляют фильтровальной бумагой.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Для выбора алгоритма измерений проводят процедуру оценки влажности, для чего фильтруют 100 г (см³) пробы через фильтровальную бумагу с использованием водоструйного насоса в течение 5 минут. Если масса (объем) фильтрата 90 г (см³) и более, измерения выполняют по 10.1. Если масса (объем) фильтрата менее 90 г (см³) - измерения выполняют по 10.1.

При заведомо очевидном содержании влаги в пробе менее 90 % (по-рошкообразное, сыпучее, пастообразное, и т.п. состояние) – принимают решение на измерение по 10.2 без проведения вышеприведённой оценки влажности пробы.

10.1 Измерение водородного показателя (рН) проб жидких объектов

10.1.1 Из подготовленной по 8.5 пробы отбирают 100 - 150 см³ и отфильтровывают через фильтровальную бумагу. Для ускорения фильтрации допускается применение водоструйного насоса.

10.1.2 В стакан вместимостью 50 см³ наливают фильтрат анализируемой пробы, так, чтобы полностью покрывался шарик стеклянного электрода. Включают мешалку и измеряют рН пробы 2 - 3 раза с интервалом в 2 - 3 минуты. Показания считывают после прекращения дрейфа измерительного прибора, но не ранее чем через 1,5 минуты после погружения электродов в измеряемую среду.

Последние два показания прибора не должны различаться более чем на 0,05 единиц рН. За результат измерений принимают среднее арифметическое этих значений.

10.2 Измерение водородного показателя (рН) водных вытяжек (1:5) проб твердых, пастообразных объектов

10.2.1 Из подготовленной по 8.4, 8.5 пробы отбирают навеску 50,00 г (результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака).

В конической колбе вместимостью 500 см³ готовят водную вытяжку, добавляя в пробу 150 см³ дистиллированной воды.

Образец перемешивают на механическом встряхивателе в течение двух часов.

10.2.2 Фильтруют полученную суспензию по 10.1.1, при этом весь осадок из колбы переносят на фильтр и промывают 100 см³ дистиллированной воды, разбивая промывной объём на 5-6 порций.

10.2.3 Измерение водородного показателя (рН) проводят в фильтрате по 10.1.2.

Примечания

1 Проверку настройки прибора во время работы проводят по буферному раствору с рН = 6,86 через каждые 5 - 7 измерений.

2 В случае образования пленок на электродах их удаляют промывкой последних органическим растворителем (например, этиловым спиртом), а затем несколько раз ополаскивают дистиллированной водой.

3 После проведения измерений электроды ополаскивают дистиллированной водой. Избыток влаги удаляют фильтровальной бумагой.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X \pm \Delta, \text{ ед. рН, } P = 0,95,$$

где $\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности, $\Delta = 0,10$ ед. рН.

12 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий, при проведении процедур подтверждения компетентности аккредитованных лабораторий, при арбитражных измерениях).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение (резервные пробы).

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с пределом воспроизводимости, R , по формуле

$$|X_1 - X_2| \leq R \quad (1)$$

где X_1, X_2 - значения рН, полученные в первой и второй лабораториях;

$$R = 2,77 \sigma_R \quad (2)$$

где σ_R – показатель воспроизводимости, (таблица 1);

Если предел воспроизводимости не превышен, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если предел воспроизводимости превышен, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.4).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль показа-

теля правильности по 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Приложение А
(рекомендуемое)

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ХРАНЕНИЮ ЭЛЕКТРОДОВ.

Краткосрочное хранение

Если электрод не используют в течение короткого времени (до 72 часов), его хранят в растворе внутреннего электролита (по 9.3.2) уровень раствора в стаканчике для хранения должен быть ниже уровня электролита внутри электрода.

Долгосрочное хранение

При долгосрочном хранении (свыше 72 часов) на электрод одевают защитный колпачок, заполненный раствором внутреннего электролита или раствором соляной кислоты с молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, и помещают в упаковку, предохраняющую его от механических воздействий.



ВНИИМС

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (095) 437 9419

Факс: (095) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 27-05

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

Методика выполнения измерений значения водородного показателя (рН) твёрдых и жидких отходов производства и потребления, осадков, шламов, активного ила, донных отложений потенциометрическим методом

Методика выполнения измерений значения водородного показателя (рН) твёрдых и жидких отходов производства и потребления, осадков, шламов, активного ила донных отложений потенциометрическим методом, разработанная НТФ "Хромос" и ОАО "Каустик", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 (Части 1-6).

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности показателя правильности.

Дата выдачи

22 апреля 2005 года

Заместитель директора



В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений водородного показателя, ед. рН	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$, ед.рН, при $P=0,95$	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , ед. рН
От 1,0 до 14,0 вкл.	0,1	0,05

Начальник сектора



О. Л. Рутенберг