

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 БАРИЯ В ПРИСУТСТВИИ
ОРГАНИКОВОГО К

ПНД Ф 14.1:2.107-97

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 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 слабо растворимый осадок BaSO₄. 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

1-3-2-5-0,02 ГОСТ 29251

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

4.2. Вспомогательные устройства

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130°C	
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336
СВ-14/8	
СВ-34/12	
Стаканы химические	ГОСТ 25336
Н-1-250 ТХС	
В-1-500 ТХС	
Колбы конические	ГОСТ 25336
Кн-2-100 ХС	
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
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 ацетон	ГОСТ 18300 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) 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±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 см³.

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/дм³ эквивалента.

1,22 г BaCl₂·2H₂O растворяют в 450 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см³, 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/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. Раствор ортанилового К, 0,05 %.

25 мг ортанилового К растворяют в 50 см³ 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/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.

9.1.9. Активированный уголь.

Подготовку активированного угля проводят в соответствии с Приложением А.

9.1.8. Катионит в Н⁺-форме.

Подготовку катионита проводят в соответствии с Приложением А.

9.2. Установление точной концентрации раствора хлорида бария

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 15 см³ этилового спирта или ацетона, 0,3 см³ раствора ортанилового К и титруют раствором хлорида бария при постоянном перемешивании до перехода окраски из синне-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 $0,02 \text{ см}^3$ за результат титрования принимают среднее арифметическое.

Точную концентрацию раствора хлорида бария находят по формуле:

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

где C_{Ba} - концентрация раствора хлорида бария, моль/дм³ эквивалента;
 C_{K} - концентрация раствора сульфата калия, моль/дм³ эквивалента;
 V_{K} - объем раствора сульфата калия, см³;
 V_{Ba} - объем раствора хлорида бария, 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. Проверяют рН и, если необходимо, доводят его величину раствором гидроксида натрия 1 моль/дм³ примерно до 4 по

индикаторной бумаге. Добавляют 15 см³ этилового спирта или ацетона, 0,3 см³ 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 см³, за результат принимают среднее значение объема 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:

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

где X - массовая концентрация сульфатов в воде, мг/дм³;

V - объем раствора хлорида бария, израсходованного на титрование пробы, см³;

C_{Ba} - концентрация раствора хлорида бария, моль/дм³ эквивалента;

X_0 - поправка, равная 5,0 мг/дм³ в диапазоне массовых концентраций сульфатов 50 – 100 мг/дм³; при концентрациях выше 100 мг/дм³

$X_0 = 0$;

V_1 - объем пробы воды, взятый для титрования после катионирования, см³.

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

Если массовая концентрация сульфатов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (300 мг/дм³), отбирают аликвоту катионированной пробы, разбавляют ее дистиллированной водой с таким расчетом, чтобы массовая концентрация сульфатов входила в регламентированный диапазон, отбирают 10 см³ 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/дм³;
 v - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см³;
 V_V - объем пробы воды после разбавления, см³.

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 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_{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_v .

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 внутрिलाбораторной 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:

$$K_k = | X'_{cp} - X_{cp} - C_d |,$$

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_d - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л, X'_{cp}}$, $\Delta_{л, X_{cp}}$ - 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: $\Delta_l = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (2)$$

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_k 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/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 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/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 рН 6.

А.4. Подготовка активированного угля

Порцию активированного угля, достаточную для заполнения колонки, помещают в коническую колбу, добавляют $100-150 \text{ см}^3$ 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 см³ раствора гидроксида 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 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: paneva@uniim.ru

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

Fax: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.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 «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	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 регламентируются 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.

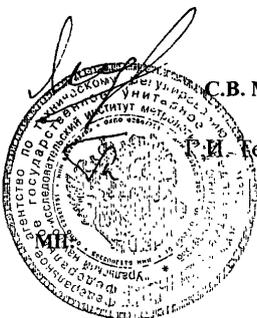
Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

Зав. лабораторией

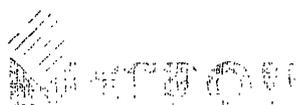
Дата выдачи: 27.10.2008 г.

Срок действия:



С.В. Медведевских

Г.И. Керентьев



**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_T , %	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»

Погергина

О.В. Кочергина



* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$