
**Качество воды. Определение общей
щелочности морской воды посредством
высокоточного потенциометрического
титрования**

*Water quality – Determination of total alkalinity in sea water using high
precision potentiometric titration*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22719:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdae67fd58/iso-22719-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 22719:2008(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22719:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdae67fd58/iso-22719-2008>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright @ iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода	2
5 Аппаратура	2
6 Реактивы	4
7 Проведение испытания	4
8 Расчет и обработка результатов	8
Приложение А (информативное) Теоретическая основа и расчет щелочности в морской воде	11
Приложение В (информативное) Обеспечение качества	16
Приложение С (информативное) Данные сравнительного анализа	17
Библиография	18

[ISO 22719:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdae67fd58/iso-22719-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdae67fd58/iso-22719-2008>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

ISO 22719 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

[ISO 22719:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdae67fd58/iso-22719-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdae67fd58/iso-22719-2008>

Введение

Парниковый эффект, вызываемый антропогенным диоксидом углерода, CO_2 , в атмосфере является серьезной глобальной проблемой окружающей среды. Ключевым фактором, контролирующим концентрацию атмосферного CO_2 , является его поглощение океаном. Поскольку объем океанской воды огромен, изменение океанической карбонатной системы от года к году невелика, и необходимо измерять ее компоненты непрерывно с большой точностью в течение длительного периода. Более того, океаническая карбонатная система связана со многими компонентами, такими как температура воды, соленость, растворенный кислород, и питательные элементы.

Океаническую карбонатную систему можно обрисовать посредством измерения как минимум двух параметров из четырех: общее содержание неорганического углерода; общая щелочность; летучесть CO_2 ; и pH морской воды. На момент публикации можно определить первые два параметра более точно для поверхностных вод. Аналитические методы для проб морской воды, однако, требуют конкретных условий и технических приемов, что важно для прецизионного и точного определения. Настоящий международный стандарт описывает метод для определения общей щелочности морской воды с погрешностью менее 0,1 %.

Данный метод предназначен для обеспечения международной совместимости точных наборов данных по общей щелочности морской воды, собранных разными группами исследователей. Такая совместимость является основой для национального и международного оперативного наблюдения и программ мониторинга океанической карбонатной системы, а также для индивидуальной исследовательской работы.

(standards.iteh.ai)

ISO 22719:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb97d8-38d2-4f8b-98c5-99fdac67fd58/iso-22719-2008>

Качество воды. Определение общей щелочности морской воды посредством высокоточного потенциометрического титрования

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователи данного международного стандарта должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий международный стандарт не ставит цели решить все проблемы, связанные с безопасностью, если таковые возникают в процессе его использования. Пользователь сам несет ответственность за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья, а также за обеспечения соответствия всем регламентным требованиям.

ВНИМАНИЕ — Чрезвычайно важно, чтобы все испытания, проводимые в соответствии с данным международным стандартом, выполнялись персоналом с соответствующей подготовкой.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения общей щелочности морской воды с помощью потенциометрического титрования в открытой ячейке. Результаты выражают в молях на килограмм морской воды. Метод подходит для анализа океанических уровней общей щелочности (от 2 000 мкмоль кг⁻¹ до 2 500 мкмоль кг⁻¹) для обычной морской воды практической солёности от 30 до 40.

ISO 22719:2008

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 5667-1, *Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по разработке программ по отбору проб и методам отбора проб*

3 Термины и определения

Применительно к данному международному стандарту используются следующие термины и определения.

3.1

общая щелочность
total alkalinity

A_T

(морской воды) число молекул иона водорода, эквивалентное избытку акцепторов протонов (оснований, образованных из слабых кислот с константой диссоциации, $K \leq 10^{-4,5}$ при 25 °C и нулевой ионной силой) относительно доноров протонов (кислоты с $K > 10^{-4,5}$) в 1 кг пробы

ПРИМЕЧАНИЕ Это определение взято из ссылки [5].

3.2 практическая соленость practical salinity

S

⟨морская вода⟩ отношение K_{15} электропроводности пробы морской воды при температуре 15°C и давлении в одну стандартную атмосферу, к электропроводности раствора хлорида калия (KCl), в котором массовая доля KCl составляет $32,435\ 6 \times 10^{-3}$, при той же самой температуре и давлении.

ПРИМЕЧАНИЕ Это определение взято из ссылки [6], стр. 12, и было сформулировано и принято объединенной группой UNESCO/ICES/SCOR/IAPSO по океанографическим таблицам и стандартам, Sidney, B.C., Canada, сентябрь 1-5, 1980, и подтверждено другими организациями по стандартизации. Как отношение практическая соленость размерности не имеет.

4 Сущность метода

Известное количество морской воды помещают в открытую ячейку, в которой ее титруют в две стадии раствором соляной кислоты. Раствор кислоты также содержит хлорид натрия, чтобы компенсировать концентрацию ионов натрия в морской воде и поддержать на примерно постоянном уровне коэффициенты активности в ходе титрования. Открытая ячейка используется таким образом, что при последующей обработке данных можно было допустить, что общее содержание растворенного неорганического углерода (и, следовательно, остаточной концентрации бикарбонат-иона) приблизительно равно нулю при pH от 3,0 до pH 3,5. Продолжение титрования наблюдают, используя pH стеклянного стандартного элемента, а общая щелочность вычисляют по объему титрующего раствора и измерениям электродвижущей силы (ЭДС=EMF), пользуясь нелинейным методом наименьших квадратов, делая поправку на реакции ионов водорода с сульфатом и фторид-ионами.

5 Аппаратура

Оборудование, установленное в 5.2 и 5.4 показано на Рисунке 1.

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.1 Пробоотборное оборудование.

5.1.1 Для лабораторного использования.

5.1.1.1 Калиброванные весы, обеспечивающие взвешивание 200 г с точностью до $\pm 0,01$ г.

5.1.1.2 Пластиковая бутылка с завинчивающейся крышкой, вместимостью 125 мл, с колпачком.

5.1.2 Для использования на борту судна, предпочтительно **объемная система дозирования**, состоящая из мерной пипетки постоянного объема, изготовленной из стекла с клапанами с каждого конца, поддерживаемая при постоянной температуре с помощью воздушного термостата или водяной рубашки. Вода пробы — поддерживаемая при той же самой температуре — поступает в пипетку под действием сжатого воздуха. Постоянный объем воды дозируется путем переключения клапана. Температура анализируемой воды должна быть известна в пределах $\pm 0,4$ °C.

Можно использовать ручную пипетку при условии, что температура анализируемой воды и температура воздуха в комнате строго контролируются.

5.2 Установка для титрования в сборе.

5.2.1 **Химический стакан в водяной рубашке**, вместимостью 200 мл. Стеклянный стакан, помещенный в водяную рубашку (Рисунок 1), внутренним диаметром 57 мм.

5.2.2 **Калиброванный термометр**, считываемый до 0,01 °C, используемый для подтверждения, что температура раствора остается постоянной в пределах $\pm 0,05$ °C во время титрования и для

обеспечения значения температуры раствора для применения в последующих расчетах.

5.2.3 Водяная баня, обеспечивающая поддержание постоянной температуры в пределах $\pm 0,05$ °C.

5.2.4 Магнитная мешалка, размерами 38 мм \times 8 мм.

5.2.5 Держатель для бюретки, электрода и термометра

5.3 Измеритель ЭДС в сборе.

5.3.1 Цифровой вольтметр, считываемый до 0,01 мВ.

5.3.2 Система усилителя измерения напряжения высокого импеданса, используемая для накопления ЭДС в ячейке стеклянного электрода сравнения, так чтобы ее можно было измерить точно с помощью цифрового вольтметра.

ПРИМЕЧАНИЕ Можно использовать цифровой рН метр ($\pm 0,1$ мВ) вместо цифрового вольтметра и измеряющего напряжение усилителя, но с потерей прецизионности.

5.3.3 Стеклянный электрод сравнения рН

Очень быстро реагирующая система стеклянного электрода рН в морской воде имеет большое значение. 90 % времени отклика во время изменения рН на 0,1 должно быть меньше 10 с при титровании морской воды кислым титрующим раствором (титрантом). Чтобы уменьшить объем пробы, более удобно в применении сочетание стеклянного электрода с электродом сравнения рН.

Характеристики электрода рН очень важны для достижения высококачественных результатов. Характеристики нового электрода можно оценить путем измерения A_T на стандартном образце морской воды. Если аттестованное значение не получается, может потребоваться замена электрода.

5.4 Бюретка в сборе.

Бюретка с высокой воспроизводимостью ($\pm 0,001$ мл) требуется для получения результатов самого высокого качества. К сожалению, хотя необходимо использовать бюретку с высокой воспроизводимостью, ее точность обычно не достаточно удовлетворительна, и систему бюретки необходимо калибровать перед использованием.

5.4.1 Автоматическая бюретка, вместимостью 5 мл $\pm 0,002$ мл, оснащенная антидиффузионным наконечником.

5.4.2 Калиброванный термометр, считываемый до 0,1 °C, используемый для измерения температуры кислоты.

5.5 Разное.

5.5.1 Устройство для переноса образца по массе, предназначенное для обеспечения дозирования из бутылки с притертым стеклянным соединением, таким образом, чтобы избежать переноса смазки в бутылку для взвешивания. Такая система может включать резиновую пробку, в которую вставлены две жесткие пластиковые трубки; эта резиновая пробка закрепляется в бутылки с пробой с помощью металлического зажима. Присоединенные трубки должны быть химически инертны и устойчивы к действию кислоты. Одна из трубок должна быть достаточно длинной, чтобы достать до дна бутылки для проб вместимостью 500 мл, а другая трубка должна выступать примерно на 6 мм ниже пробки. Более короткую трубку подсоединяют шлангом длиной 500 мм к резиновой груше, которая используется для создания давления в системе. Другую трубку соединяют с отрезком шланга (примерно 500 мм) и перекрывают шланг зажимом. Эту трубку используют для дозирования пробы.

5.5.2 Лоток для отходов.

5.5.3 Промывочная бутылка, с водой (6.2).

6 Реактивы

6.1 Титрующий раствор (титрант), калиброванный раствор для проб обычной морской воды, содержащий соляную кислоту, 0,1 моль/кг, и хлорид натрия, 0,6 моль/кг.

В идеале титрант - раствор соляной кислоты - калибруют с точностью выше $\pm 0,02$ % с помощью метода кулонометрического титрования (см., например, ссылку [7]. Кроме того, плотность такого титрующего раствора должна быть исследована как функция температуры с точностью выше $\pm 0,02$ % экспериментально, с применением пикнометра (например, по ISO 758). Однако эти процедуры сложны и требуют большого умения. Более того, концентрация кислоты и плотность может измениться в течение нескольких дней за счет испарения. Необходимо заново калибровать кислоту время от времени. Таким образом, рекомендуется калибровать кислый титрующий раствор с помощью аттестованного стандартного образца (ACO=CRM) (см. В.1.3).

6.2 Деионизованная ультрачистая вода, удельное сопротивление примерно 18 МОм см.

7 Проведение испытания

7.1 Отбор проб

Отбирают пробу морской воды в соответствии со стандартным методом отбора проб растворенных в воде газов (см. ISO 5667-1). Настоятельно рекомендуется анализировать пробу в течение нескольких часов. Если анализ невозможно осуществить немедленно после отбора проб, добавляют хлорид ртути(II). Рекомендуемое минимальное количество составляет около 0,02 % по объему насыщенного водного раствора. Хранят пробы в прохладном темном месте (предпочтительно в охлажденном состоянии, но не в замороженном) до использования.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пробы, содержащие хлорид ртути (II) пробы воды в соответствии с правилами регламентов местных органов власти.

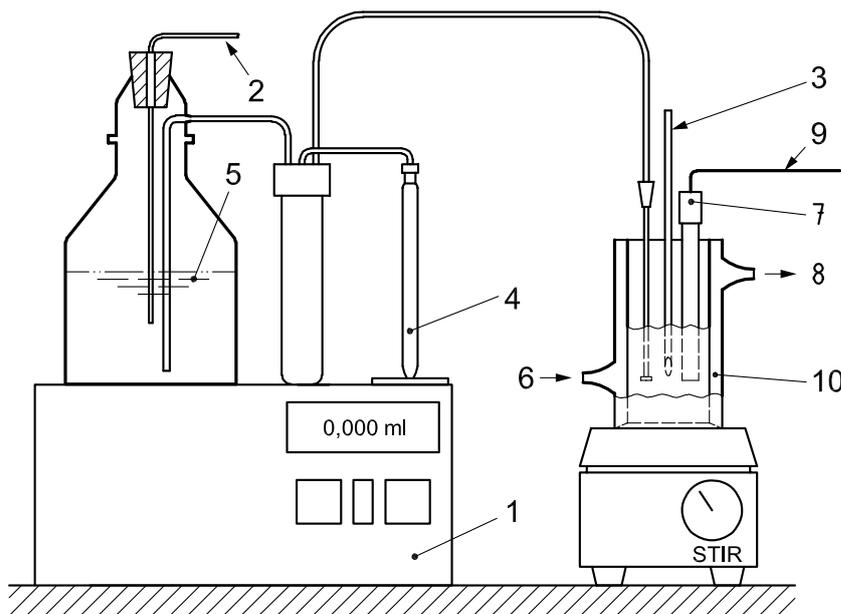
7.2 Установка оборудования

Собирают установку в соответствии с Рисунком 1.

Необходимо с особым вниманием выполнять сборку стеклянных частей бюретки и трубок. Все соединения затягивают пальцами, следя затем, чтобы не пережать. Наиболее частой причиной утечек и пузырьков является повреждение резьбы и разбитые стеклянные части.

Водяную баню устанавливают на нужную температуру (близкую к комнатной температуре).

Перемешивают раствор соляной кислоты, титрант, чтобы обеспечить постоянную температуру и состав.

**Обозначение**

- 1 автоматическая бюретка
- 2 датчик для термометра
- 3 термометр
- 4 резервуар бюретки
- 5 титрант HCl/NaCl
- 6 ввод водяной бани
- 7 комбинированный электрод
- 8 вывод водяной бани
- 9 к системе измерения ЭДС
- 10 стакан в водяной рубашке

Рисунок 1 — Установка для измерения щелочности в открытой ячейке

Обеспечивают, чтобы автоматическая бюретка и трубки были тщательно промыты титрующим раствором и чтобы не было пузырьков воздуха.

ВНИМАНИЕ — Если система некоторое время не использовалась, может потребоваться кондиционирование стеклянного стандартного элемента pH. Это можно осуществить путем титрования, результат которого будет отброшен. (Такое первое измерение часто слегка занижено по сравнению с правильным значением.)