Аналитический центр контроля качества воды
ЗАО "РОСА"
Отдел физико-химических методов анализа
Сектор общего химического анализа

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор ЗАО "РОСА"
А.В. Чамаев
2010 г.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА ОБЩЕГО В ПИТЬЕВЫХ И ПРИРОДНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С О-ФЕНАНТРОЛИНОМ

НДП 10.1:2.108-10

Москва 2010 г.

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТЧИКИ:

Техник — Ю.Л. Киселева

Техник — Е.В. Бадикова

Начальник сектора общего химического анализа — Л.В. Тропынина

СОГЛАСОВАНО:

Начальник отдела физико-химических методов анализа — Н.К. Куцева

Начальник отдела контроля качества — А.В. Карташова

Изменения и дополнени	
номер	дата утверждени
N 1	06.03.12

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику фотометрического определения железа общего в пробах питьевых и природных вод в диапазоне массовых концентраций от 0,05 до 5,0 мг/дм^3. При массовой концентрации свыше 0,8 мг/дм^3 требуется предварительное разбавление пробы.

Определению железа мешают медь, кобальт, цинк, кадмий в концентрациях в 10 и более раз превышающих концентрацию железа.

Мешающее влияние указанных ионов устраняют в ходе проведения анализа добавлением избытка о-фенантролина и проведении основной реакции при pH 3,5 – 4,6.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод определения массовой концентрации железа общего в воде основан на восстановлении железа (III) гидроксиламином в кислой среде до железа (II), которое при взаимодействии с о–фенантролином образует оранжево-красный комплекс. Полученное соединение фотометрируют при длине волны 510 нм.

Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

3. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^3	**Показатель повторяемости** (стандартное отклонение повторяемости), $\sigma_r(\delta)$, %	**Показатель воспроизводимости** (стандартное отклонение воспроизводимости) $\sigma_R(\delta)$, %	**Показатель правильности** (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\delta_c$, %	**Показатель точности** (границы относительной погрешности при P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,05 до 1,0 вкл.	7	12,5	6	25
от 1,0 до 5,0 вкл.	5	7,5	4	15

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений и вспомогательное оборудование

- Весы лабораторные по ГОСТ 53228 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,0001 г.
- Государственный стандартный образец (ГСО) раствора железа с относительной погрешностью определения аттестованного значения не более 1%.
- Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Пипетки градуированные вместимостью 1 см^3, 2 см^3, 5 см^3, 10 см^3 по ГОСТ 29227, 2 класс точности.
- Пипетки с одной меткой вместимостью 1 см^3, 2 см^3, 5 см^3, 10 см^3, по ГОСТ 29169, 2 класс точности.
- Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 510 нм и снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

- pH-метр лабораторный с пределом допускаемых значений основной абсолютной погрешности ± 0,02 ед. pH.
- Цилиндры мерные вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770 (исполнение 2 или 4), 2 класс точности.
- Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или деионизованной 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.
- Стаканы вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$, 200 $см^3$ по ГОСТ 25336.
- Флаконы из темного стекла вместимостью 1000 $см^3$ (для хранения растворов реактивов).
- Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре 2 – 10 °С.

Допускается использование других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных и вспомогательных устройств с техническими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

4.2. Реактивы и материалы

- 1,10-фенантролин (о-фенантролин) гидрохлорид (или моногидрат), ч.д.а., по ТУ 6-09-40-2472.
- Аммоний уксуснокислый (аммония ацетат), ч.д.а., по ГОСТ 3117.
- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181.
- Вода дистиллированная, по ГОСТ 6709 или деионизованная по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).
- Гидроксиламин солянокислый, ч.д.а., по ГОСТ 5456.
- Кислота соляная, ос.ч., по ГОСТ 14261.
- Кислота уксусная, х.ч., по ГОСТ 61.

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации или импортные аналоги.

5. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.
5.2. При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.
5.3. Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с 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 ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений допускают химика-аналитика, владеющего техникой фотометрического анализа и изучившего правила эксплуатации используемого оборудования.

7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20 – 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
частота переменного тока	(50 ± 1) Гц
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

8.1. Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб» и ГОСТ Р 51593-2000 «Отбор проб. Питьевая вода».

8.2. Пробы воды отбирают в пластиковые герметично закупоривающиеся бутыли. Объём отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

8.3. Пробу хранят при температуре 2 – 10 °С не более двух суток.

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

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

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Приготовление раствора о-фенантролина.

Для приготовления раствора навеску 0,50 г 1,10-фенантролина гидрохлорида ($C_{12}H_9N_2 \cdot HCl$) растворяют в мерном стакане в небольшом количестве воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора 7 дней при температуре 2 – 10 °С.

9.2.2. Приготовление ацетатного буферного раствора (pH 4,5 – 4,6).

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 250 г аммония уксуснокислого. Растворяют в 100 – 150 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 500 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и доводят до 1000 $см^3$ дистиллированной водой. Величину pH контролируют с помощью pH-метра. Раствор устойчив в течение 3 месяцев при температуре 2 – 10 °С.

9.2.3. Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина.

Навеску солянокислого гидроксиламина 10 г в стаканчике для взвешивания растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение двух недель при температуре 2 – 10 °С.

9.2.4. Приготовление основного градуировочного раствора железа (III).

1 $см^3$ стандартного раствора ионов железа (ГСО) с концентрацией 1 мг/$см^3$ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученный основной градуировочный раствор содержит 10 мг/$дм^3$ железа. Срок хранения раствора 1 месяц при температуре 2 – 10 °С.

9.2.5. Приготовление рабочего градуировочного раствора железа (III).

Для приготовления рабочего градуировочного раствора железа 5 $см^3$ основного градуировочного раствора с концентрацией 10 мг/$дм^3$ с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 1 мг/$дм^3$ железа. Раствор используют в день приготовления.

9.2.6. Приготовление раствора соляной кислоты (2 : 1)

В стакане вместимостью 200 $см^3$ смешивают 100 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 50 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранение 6 месяцев при комнатной температуре.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики в мерные колбы или цилиндр вместимостью 50 $см^3$, пипетками помещают 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0 $см^3$ рабочего градуировочного раствора с концентрацией железа (III) 1 $мг/дм^3$ и 2,0 и 4,0 $см^3$ основного градуировочного раствора с концентрацией железа (III) 10 $мг/дм^3$.

Затем в каждую колбу приливают примерно по 10 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,5 $см^3$ соляной кислоты (2:1), 1 $см^3$ раствора солянокислого гидроксиламина для восстановления железа (III) до железа (II), 4 $см^3$ ацетатного буферного раствора и 1 $см^3$ раствора о-фенантролина, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Массовая концентрация железа (III) в полученных градуировочных растворах равна 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,20; 0,40; 0,80 $мг/дм^3$ соответственно.

Через 15 – 20 минут измеряют оптическую плотность приготовленных растворов при λ = 510 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм относительно «холостой» пробы. В качестве «холостой» пробы используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Значение оптической плотности «холостой» пробы, измеренное относительно дистиллированной воды не должно превышать 0,040 ед. абс. Проверку качества «холостой» пробы проводят для каждой новой партии используемых реактивов.

По результатам измерений строят градуировочный график зависимости значения оптической плотности (ед. абс.) от концентрации железа (III) ($мг/дм^3$).

Градуировочную характеристику устанавливают не реже одного раза в 3 месяца и обязательно при смене партий любого из реактивов и после ремонта спектрофотометра.

9.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если отклонение полученного значения концентрация железа от заданного значения в градуировочном растворе не превышает допустимое значение (норматив контроля), которое устанавливают в лаборатории при внедрении методики. Значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики не должно превышать 15 % во всем диапазоне концентраций.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение для этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее двух других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата градуировочную характеристику устанавливают заново.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Если анализируемая проба не содержит видимых нерастворенных частиц, то 40 $см^3$ или меньший объём пробы наливают в мерную колбу или цилиндр вместимостью 50 $см^3$. Прибавляют 0,5 $см^3$ соляной кислоты (2:1), 1 $см^3$ раствора солянокислого гидроксиламина, 4 $см^3$ ацетатного буферного раствора и 1 $см^3$ раствора о-фенантролина, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если в пробе присутствуют взвешенные частицы или нерастворимый осадок, то к 100 $см^3$ тщательно перемешанной анализируемой пробы прибавляют 1 $см^3$ соляной

кислоты (2:1) и нагревают до температуры 50 – 60 °С до наиболее полного растворения осадка. Если после нагревания осадок полностью не растворился, то пробу фильтруют через фильтр «синяя лента» или через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Отбирают 40 см^3 (или меньший объем) профильтрованной пробы в мерную колбу или цилиндр, прибавляют 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 4 см^3 ацетатного буферного раствора и 1 см^3 раствора о-фенантролина, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Через 15-20 минут измеряют оптическую плотность при длине волны 510 нм относительно «холостой» пробы.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию железа общего в пробе X (мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = X_{Fe\ град} \times K_p$$

где $X_{Fe\ град}$ – концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

K_p – коэффициент предварительного разбавления пробы.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

$X \pm \Delta$, мг/дм^3 при доверительной вероятности P = 0,95,

где $\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot X$,

δ – значение показателя точности, % (см. табл. 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при содержании от 0,05 до 0,1 мг/дм^3 — 0,001 мг/дм^3
при содержании от 0,10 до 1,0 мг/дм^3 — 0,01 мг/дм^3
при содержании от 1,0 до 5,0 мг/дм^3 — 0,1 мг/дм^3

13. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 2.

13.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов измерений), r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
от 0,05 до 1,0 вкл.	19	35
от 1,0 до 5,0 вкл.	14	21

14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

14.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и внутрилабораторной прецизионности и погрешности).

14.2. Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур (с использованием метода добавок, с использованием образцов для контроля и т.п.), регламентируют во внутренних документах лаборатории.

14.3. Процедура контроля с использованием образцов для контроля

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО. Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = |X - C|$$

где X – результат анализа, мг/дм^3;

C – аттестованное значение железа в образце для контроля, мг/дм^3.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля К по формуле:

$$К - Δ_л$$

где $Δ_л$ – внутрилабораторный показатель точности результата анализа, соответствующий аттестованному значению ОК.

Примечание: На первом этапе допускается считать $Δ_л = 0{,}84\ Δ$, где Δ – показатель точности МВИ, который рассчитывают по формуле: $Δ = 0{,}01\ C \cdot δ$. Значения $δ$ приведены в таблице 1.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$К_к \le К$$

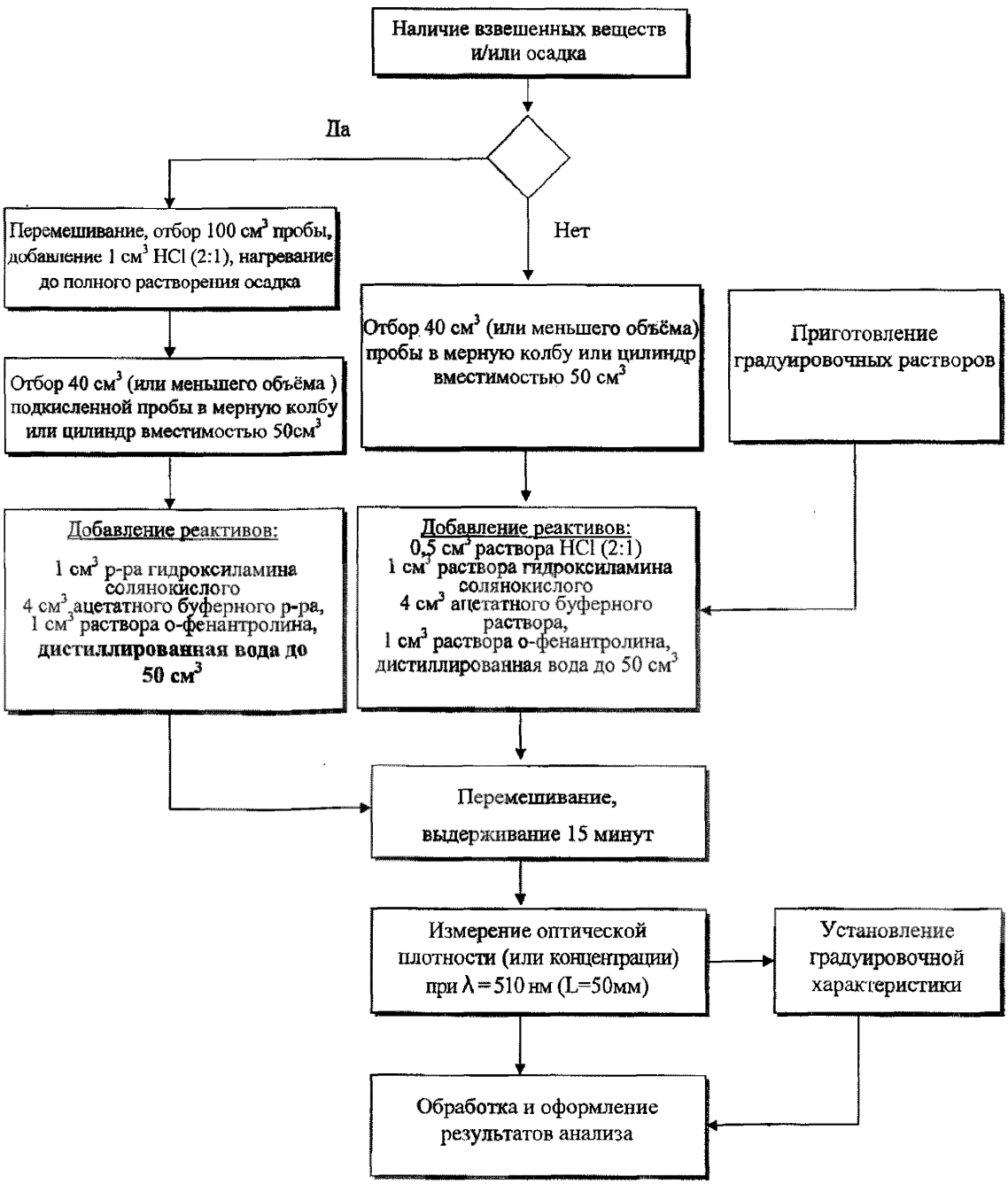
процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

14.4. Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Блок-схема анализа при определении железа общего в воде



000395

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 223.1.0305/01.00258/2010

Методика измерений массовой концентрации железа общего в питьевых и природных водах
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
фотометрическим методом с о-фенантролином,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений
предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава
область использования
питьевых и природных вод,
разработанная ЗАО «РОСА», 119227, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7 стр. 35
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)
и содержащаяся в НДП 10.1:2.108-10 «Методика измерений массовой концентрации железа
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод)
общего в питьевых и природных водах фотометрическим методом с о-фенантролином»,
2010 г., на 9 листах.
год утверждения, число страниц

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.
теоретических и (или) экспериментальных исследований
В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.
нормативно-правовой документ (при наличии), и ГОСТ Р 8.563 и другие документы

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе **С.В. Медведевских**

Зав. лабораторией Г.И.Терентьев

Дата выдачи: 15.12.2010

Рекомендуемый срок пересмотра методики (метода) измерений:

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

МЕТРОН

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 223.1.0305/01.00258/2010 об аттестации
регистрационный номер
методики измерений массовой концентрации железа общего в питьевых и природных водах фотометрическим методом с о-фенантролином
на 1 листе

Показатели точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, показатели точности измерений.

Диапазоны измерений, мг/дм^3	Показатели прецизионности (относительные значения)			Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P= 0, 95), $\pm\delta^1$, %
	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Стандартное отклонение воспроизводимости, σ_R, %	Предел воспроизводимости[2] (при m[3]=2 и P =0,95), R, %		
от 0,05 до 1 включ.	7	12,5	35	6	25
св. 1 до 5 включ.	5	7,5	21	4	15

Эксперт в области аттестации
методик (методов) измерений
(сертификат № RUM 01.111.33.00233-2) О.В. Кочергина

Дата выдачи: 15.12.2010г.

---

[1] Соответствует расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2.

[2] Результаты измерений на идентичных пробах питьевых и природныхвод, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (*R*) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в 10 лабораториях, при разработке данной методики.

[3] m – количество результатов измерений для двух лабораторий.

УТВЕРЖДАЮ

Начальник ОФХМА

_____ **Н.К.Куцева**

"06" марта **2012 г**

АКТ
выполнения экспериментальных исследований

Отдел: физико-химических методов анализа
Сектор: общего химического анализа
Шифр НД на МВИ: НДП 10.1:2.108-10
Наименование НД на МВИ: Методика выполнения измерений массовой концентраций железа общего в питьевых и природных водах фотометрическим методом с орто-фенантролином
Цель проведения исследования: Уточнение процедуры подготовки пробы
Выполненные работы: Установление зависимости результата измерений концентрации железа от времени выдержки после добавления соляной кислоты для питьевых вод, не содержащих взвешенных веществ. Результаты экспериментальных исследований представлены в таблице и на диаграммах.
Сроки выполнения работ: ноябрь-декабрь 2011 г

ТАБЛ 1 Результаты измерений концентрации Железа до 0,1 мг/л

Время выдержки, мин / проба	0	30	60	90	120	нагревание с кислотой
1	0,040	0,051	0,052	0,053	0,053	0,067
2	0,040	0,052	0,051	0,055	0,053	0,059
3	0,040	0,052	0,055	0,056	0,058	0,058
4	0,051	0,059	0,063	0,068	0,068	0,064
5	0,051	0,068	0,071	0,075	0,093	0,076
6	0,053	0,058	0,064	0,063	0,063	0,063
7	0,055	0,066	0,064	0,070	0,070	0,072
8	0,055	0,070	0,070	0,066	0,068	0,068
9	0,055	0,070	0,070	0,070	0,070	0,076
10	0,057	0,062	0,06	0,069	0,068	0,066
11	0,057	0,07	0,065	0,059	0,061	0,065
12	0,058	0,067	0,068	0,074	0,070	0,062
13	0,060	0,079	0,079	0,082	0,082	0,090

ТАБЛ 2 Результаты измерений концентрации Железа свыше 0,1 мг/л

Время выдержки, мин / проба	0	30	60	90	120	нагревание с кислотой
1	0,059	0,18	0,19	0,19	0,19	0,18
2	0,063	0,21	0,22	0,23	0,22	0,28
3	0,064	0,089	0,089	0,089	0,087	0,090
4	0,064	0,14	0,14	0,16	0,22	0,15
5	0,064	0,23	0,25	0,26	0,27	0,27
6	0,066	0,067	0,085	0,091	0,090	0,087
7	0,067	0,071	0,082	0,085	0,091	0,091
8	0,071	0,080	0,082	0,079	0,079	0,086
9	0,074	0,12	0,13	0,13	0,13	0,14
10	0,076	0,075	0,079	0,078	0,079	0,089
11	0,078	0,25	0,27	0,27	0,28	0,3
12	0,083	0,086	0,101	0,091	0,072	0,102
13	0,085	0,22	0,27	0,27	0,23	0,28
14	0,086	0,10	0,11	0,10	0,10	0,10
15	0,087	0,093	0,093	0,097	0,097	0,097
16	0,097	0,11	0,11	0,11	0,14	0,11
17	0,098	0,16	0,17	0,17	0,17	0,18

ДИАГРАММА 1 (по результатам табл 1)

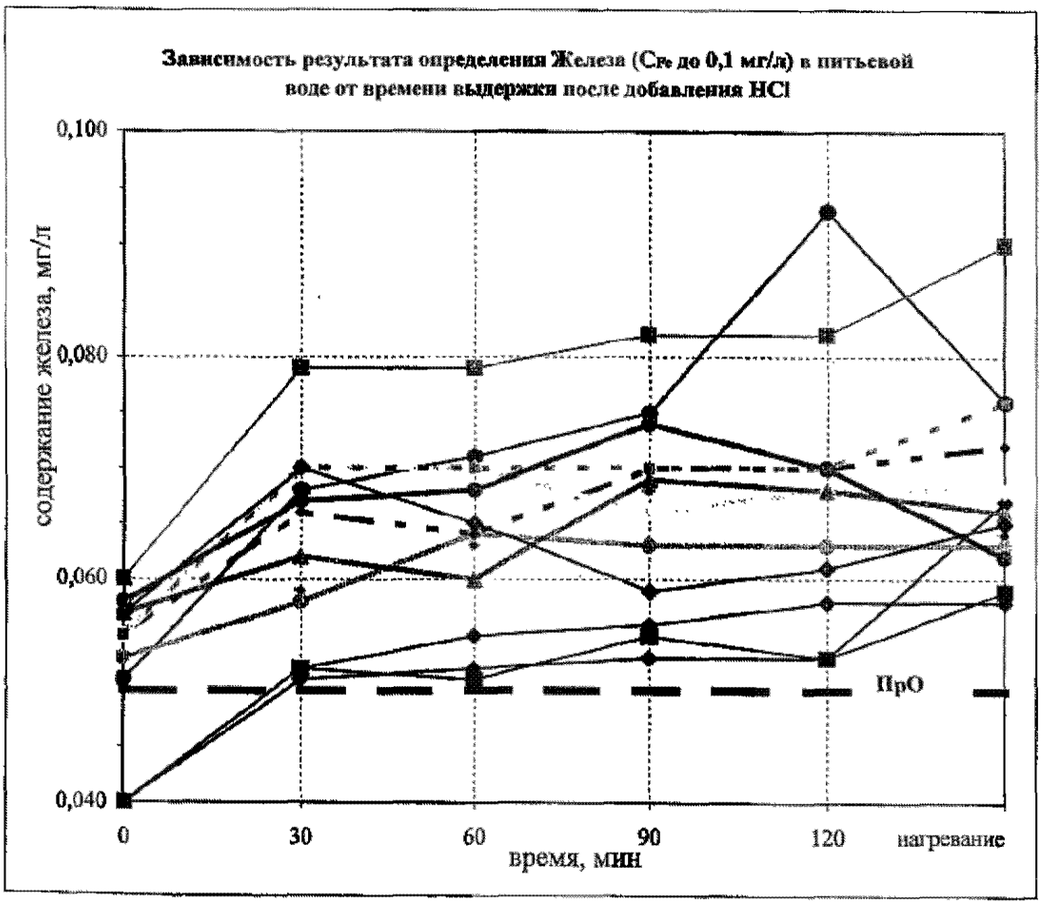
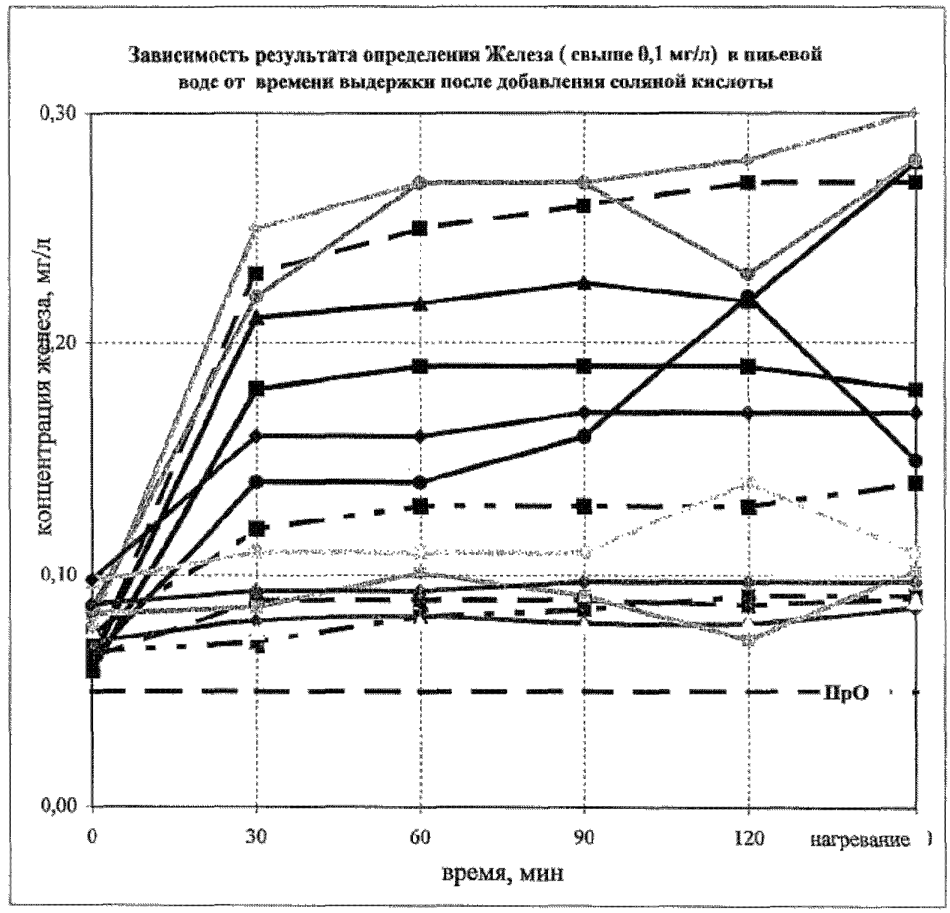


ДИАГРАММА 2 (по результатм табл 2)



ЗАКЛЮЧЕНИЕ: Для проб питьевой воды, не содержащей визуально обнаруживаемых взвешенных частиц, для более полного растворения железа, находящегося в пробах воды в виде коллоидных частиц, после добавления соляной кислоты требуется выдержка. Время достаточное для растворения железа составляет приблизительно 30 минут. Дальнейшая выдержка и нагревание с кислотой в большинстве случаев не приводит к существеному изменению результатов измерения.

Начальник сектора
общего химического анализа

_____ **Л.В.Тропынина**

"06" марта **2012 г.**

Начальник отдела
контроля качества

_____ **А.В.Карташова**

"06" 03 **2012 г.**

УТВЕРЖДАЮ

Зам. Генерального директора ЗАО "РОСА"

_____ **А.А.Шляпочников**

"06" марта **2012 г.**

ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

№ 1

Отдел:	Физико-химических методов анализа
Сектор:	Общего химического анализа
Шифр НД на МВИ:	НДП 10.1:2.108-10
Наименование НД на МВИ:	«Методика выполнения измерения массовой концентрации железа общего в питьевых и природных водах фотометрическим методом с орто-фенантролином».

Вносимые изменения не касаются принципа метода анализа, а дополняют и уточняют процедуры проведения анализа, установленные НДП 10.1:2.108-10 и действуют до введения новой версии методики.

Настоящие изменения и дополнения уточняют процедуру подготовки пробы к анализу.

Вносимые изменения:

1. В первом абзаце раздела 10 второе предложение изложить в новой редакции: *«Прибавляют 0,5 см^3 соляной кислоты (2:1), и выдерживают не менее 30 минут. После выдержки прибавляют 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 4 см^3 ацетатного буферного раствора и 1 см^3 раствора о-фенантролина, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.»*

Начальник отдела контроля качества

_____ А.В.Карташова

"06" 03 2012 г.

Начальник отдела физико-химических методов анализа

_____ Н.К.Куцева

"06" марта 2012 г.

Начальник сектора общего химического анализа

_____ Л.В.Тропынина

"06" марта 2012 г.

gost.e-ecolog.ru