МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД
52.24.407–
2017

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХЛОРИДОВ В ВОДАХ
Методика измерений аргентометрическим методом

Ростов-на-Дону
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.А. Андреев, канд. хим. наук (руководитель разработки), О.А. Михайленко (ответственный исполнитель), Е.Л. Селютина

3 СОГЛАСОВАН с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 25.09.2017 и Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 27.10.2017

4 УТВЕРЖДЕН Руководителем Росгидромета 30.10.2017

ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 11.12.2017 № 647

5 МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ГХИ»
Свидетельство об аттестации № 407.RA.RU.311345–2017 от 29.06.2017

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» от 22.11.2017 за номером РД 52.24.407–2017

7 ВЗАМЕН РД 52.24.407-2006 «Массовая концентрация хлоридов в водах. Методика выполнения измерений аргентометрическим методом»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2028 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 10 лет

© Росгидромет, ФГБУ «ГХИ», 2017
Право тиражирования и реализации принадлежит ФГБУ «ГХИ»

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования к показателям точности измерений 2
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам 3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства 3
4.2 Реактивы и материалы 4
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
7 Требования к квалификации операторов 5
8 Требования к условиям измерений 5
9 Подготовка к выполнению измерений 6
9.1 Отбор и хранение проб 6
9.2 Приготовление растворов 6
9.3 Установление точной молярной концентрации растворов нитрата серебра 8
10 Порядок выполнения измерений 10
11 Обработка результатов измерений 12
12 Оформление результатов измерений 12
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 13
13.1 Общие положения 13
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости 13
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб 14
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости 15
Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованного раствора хлорида натрия АР-Cl для установления точной молярной концентрации растворов нитрата серебра 16
Приложение Б (обязательное) Подготовка активного угля 19
Приложение В (рекомендуемое) Предварительная оценка концентрации хлоридов в неизвестной пробе воды 20

Введение

Хлориды относятся к главным ионам природных вод и присутствуют в водах любых типов. Концентрация хлоридов в речных и озерных водах колеблется от долей миллиграмма до граммов в кубическом дециметре; в морских, океанских, некоторых подземных водах, водах соляных озер концентрации хлоридов выше – до пересыщенных растворов и рассолов.

Основными источниками поступления хлоридов в водные объекты являются соленосные отложения, магматические породы, в состав которых входят хлорсодержащие минералы (хлорапатит, содалит и др.), вулканические выбросы, засоленные почвы, из которых они вымываются атмосферными осадками. Большие количества хлоридов попадают в воду с промышленными и хозяйственно-бытовыми сточными водами.

Хлориды в воде не склонны к образованию ионных пар. Они обладают высокой миграционной способностью, что обусловлено хорошей растворимостью соответствующих солей в воде, слабо выраженной способностью к сорбции взвесями и донными отложениями, а также практическим отсутствием накопления водными организмами.

Внутригодовые изменения концентрации хлоридов в поверхностных водах суши связаны, в основном, с гидрологическим режимом водных объектов.

Повышенные концентрации хлоридов ухудшают вкусовые качества воды, делая её непригодной для питьевого водоснабжения, а также уменьшают или же полностью исключают возможность использования для технических, хозяйственных целей и орошения сельскохозяйственных территорий.

Содержание хлоридов в природных водах нормируется. Предельно допустимая концентрация (ПДК) для воды водных объектов рыбохозяйственного значения составляет 300 мг/дм^3, для воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 350 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХЛОРИДОВ В ВОДАХ
Методика измерений аргентометрическим методом

Дата введения – 2018–10–01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации хлоридов в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 10,0 до 20000 мг/дм^3 аргентометрическим методом.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05–85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 31861–2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

Примечания

1 Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3 и А.4 (приложение А).

2 При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие национальных стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году.

3 Если ссылочный нормативный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерения массовой концентрации хлоридов X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 10,0 до 1000,0 включ.	0,6+0,004·X	0,6+0,011·X	0,6+0,011·X	1,4+0,030·X
Св. 1000,0 до 20000 включ.	0,3+0,002·X	2,0+0,005·X	3,0+0,003·X	7,0+0,011·X

Предел обнаружения хлоридов аргентометрическим методом составляет 2 мг/дм^3.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;

– оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 или ГОСТ OIML R 76-1-2011, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

4.1.2 Весы неавтоматического действия (лабораторные) высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 или ГОСТ OIML R 76-1-2011, действительная цена деления (шкалы) 0,001 г или 0,01 г.

4.1.3 Государственный стандартный образец состава раствора хлорид-ионов ГСО 7478-98 или аналогичный с относительной погрешностью аттестованного значения не более 1 % (далее – ГСО).

4.1.4 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 или 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 100 $см^3$ – 1 шт., 500 $см^3$ – 2 шт., 1000 $см^3$ – 1 шт., 2000 $см^3$ – 1 шт.

4.1.5 Бюретка 2-го класса точности исполнения 1, 3 по ГОСТ 29251-91 вместимостью 25 $см^3$ – 2 шт.

4.1.6 Пипетки градуированные 2-го класса точности типа 3 исполнения 1 или 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 $см^3$ – 2 шт., 5 $см^3$ – 2 шт., 10 $см^3$ – 1 шт.

4.1.7 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 5 $см^3$ – 2 шт., 10 $см^3$ – 1 шт., 25 $см^3$ – 2 шт., 50 $см^3$ – 1 шт., 100 $см^3$ – 2 шт.

4.1.8 Цилиндры мерные 2-го класса точности исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 50 $см^3$ – 1 шт., 100 $см^3$ – 2 шт., 250 $см^3$ – 1 шт., 500 $см^3$ – 1 шт., 1000 $см^3$ – 1 шт.

4.1.9 Пробирка коническая исполнения 1 по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 $см^3$.

4.1.10 Пробирки исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 с взаимозаменяемым конусом 14/23 с притертой стеклянной или пластиковой пробкой вместимостью 10 $см^3$ – 3 шт.

4.1.11 Колбы конические Кн исполнения 2 по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 250 $см^3$ – 6 шт., 500 $см^3$ – 2 шт.

4.1.12 Воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336-82 диаметром: 56 мм – 1 шт., 75 мм – 1 шт.

4.1.13 Стаканы В-1, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 250 $см^3$ – 2 шт., 600 $см^3$ – 2 шт., 1000 $см^3$ – 1 шт.

4.1.14 Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 и СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82 – 2 шт.

4.1.15 Чашка выпарительная № 3 по ГОСТ 9147-80.

4.1.16 Капельница исполнения 1, 2 по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 $см^3$.

4.1.17 Посуда стеклянная для хранения растворов вместимостью 500 $см^3$ из светлого и темного стекла.

4.1.18 Посуда полиэтиленовая для хранения проб воды и растворов вместимостью 250, 500 $см^3$.

4.1.19 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.20 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.

4.1.21 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.22 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233-77, х.ч. или стандарт-титр натрий хлористый 0,1 моль/$дм^3$ или калий хлористый 0,1 моль/$дм^3$ по ТУ 2642-001-33813273-97 (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Серебро азотнокислое (нитрат серебра) по ГОСТ 1277-75, ч.д.а. или стандарт-титр серебро азотнокислое 0,1 моль/$дм^3$ по ТУ 2642-001-33813273-97.

4.2.3 Калий хромовокислый (хромат калия) по ГОСТ 4459-75, ч.д.а.

4.2.4 Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, ч.д.а.

4.2.5 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

4.2.6 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

4.2.7 Водорода пероксид по ГОСТ 10929-76, ч.д.а.

4.2.8 Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329-77, ч.д.а.

4.2.9 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.

4.2.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.11 Хлорид кальция обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч. (для эксикатора).

4.2.12 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» и «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-95.

4.2.13 Фильтры мембранные «Владипор МФАС-ОС-2», 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа с равноценными характеристиками.

4.2.14 Универсальная индикаторная бумага (pH от 0 до 12) по ТУ 2642-054-23050963-2008.

4.2.15 Уголь активный БАУ-А по ГОСТ 6217-74.

Примечание – Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации хлоридов основано на образовании трудно растворимого осадка хлорида серебра при прибавлении раствора нитрата серебра к анализируемой воде. После полного осаждения хлоридов избыток ионов серебра реагирует с индикатором – хроматом калия – с образованием красновато-оранжевого осадка хромата серебра. Титрование следует проводить в среде близкой к нейтральной (pH от 6 до 9), поскольку в более кислой среде не образуется хромат серебра, а в более щелочной среде возможно образование оксида серебра (Ag_2O) или увеличение мешающего влияния сопутствующих веществ.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации хлоридов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в государственных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му, 3-му и 4-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Особых требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории не менее 6 мес и освоивших методику.

8 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... 22 ± 5;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) ..... от 84,0 до 106,7 (от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более 80;
- напряжение в сети, В ..... 220 ± 22;
- частота переменного тока в сети питания, Гц ..... 50 ± 1.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор и хранение проб

Отбор проб для определения хлоридов производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ 31861. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ 31861. Пробы помещают в стеклянную или пластиковую посуду. Пробы, содержащие взвешенные вещества, фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм или бумажный фильтр «синяя лента», отбрасывая первую порцию фильтрата.

Хлориды являются одним из наиболее устойчивых компонентов, поэтому выполнение измерений их концентраций можно проводить после выполнения измерений менее устойчивых соединений. Пробы не консервируют, хранят при комнатной температуре не более 1 мес. Объем отбираемой пробы должен составлять не менее 500 $см^3$.

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Раствор нитрата серебра, 0,02 моль/$дм^3$

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 3,40 г нитрата серебра в 100 $см^3$ дистиллированной воды, доводят объем раствора до метки на колбе и перемешивают. При наличии мутности раствор отстаивают в течение нескольких дней и затем сливают прозрачную жидкость (декантация). Срок хранения при комнатной температуре в плотно закрытой склянке из темного стекла не ограничен.

Раствор нитрата серебра с молярной концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ может быть приготовлен соответствующим разбавлением раствора нитрата серебра с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ в 2,5 раза. Для этого к 400 $см^3$ раствора нитрата серебра с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ приливают 600 $см^3$ дистиллированной воды, при этом соответствующие объемы следует отбирать мерными цилиндрами.

Точную молярную концентрацию раствора определяют титрованием аттестованного раствора хлорида натрия 1 раз в мес.

9.2.2 Раствор нитрата серебра, 0,05 моль/$дм^3$

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 8,49 г нитрата серебра в дистиллированной воде, доводят до метки на колбе и перемешивают. При наличии мутности раствор отстаивают в течение нескольких дней и затем сливают прозрачную жидкость (декантация). Срок хранения при комнатной температуре в плотно закрытой склянке из темного стекла не ограничен.

Допускается приготовление раствора нитрата серебра с молярной концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ из стандарт-титров (фиксаналов) серебра

азотнокислого растворением содержимого ампулы в мерной колбе вместимостью 2000 см^3.

Точную молярную концентрацию раствора определяют титрованием аттестованного раствора хлоридов 1 раз в мес.

9.2.3 Аттестованный раствор хлоридов с молярной концентрацией 0,01410 моль/дм^3 (и массовой концентрацией 0,500 мг/см^3)

Аттестованный раствор готовят из ГСО с концентрацией хлорид-ионов 10 мг/см^3.

Вскрывают ампулу и переносят ее содержимое в сухую чистую коническую пробирку. Отбирают 5,0 см^3 образца с помощью чистой сухой пипетки с одной отметкой и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если концентрация хлорид-ионов в ГСО не равна точно 10,0 мг/см^3, рассчитывают молярную и массовую концентрацию хлоридов в аттестованном растворе соответственно концентрации конкретного экземпляра ГСО. Раствор хранят в плотно закрытой посуде при комнатной температуре не более 3 мес.

При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор хлоридов, приготовленный из хлорида натрия. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

Допускается приготовление раствора хлоридов из стандарт-титров (фиксаналов) натрия хлористого или калия хлористого растворением содержимого ампулы в мерной колбе вместимостью 2000 см^3. Условия хранения те же, что в приведены в приложении А для аттестованного раствора, приготовленного из хлорида натрия.

9.2.4 Раствор хромата калия, 10 %-ный

Растворяют 25 г хромата калия в 100 см^3 дистиллированной воды. В полученный раствор для удаления хлоридов добавляют по каплям 10 %-ный раствор нитрата серебра до появления слабого красновато-оранжевого осадка. Через 1 сут раствор фильтруют через фильтр «белая лента». К фильтрату добавляют 125 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре в склянке из темного стекла не более 3 мес.

9.2.5 Раствор нитрата серебра, 10 %-ный

Растворяют 10 г нитрата серебра в 90 см^3 дистиллированной воды. К полученному раствору прибавляют 1-2 капли концентрированной азотной кислоты. При появлении мутности раствор отстаивают не менее 1 сут, затем осторожно сливают прозрачную жидкость. Хранят в плотно закрытой склянке из тёмного стекла. Срок хранения в плотно закрытой склянке из тёмного стекла не ограничен.

9.2.6 Раствор азотной кислоты, 0,1 моль/дм^3

Растворяют 3,5 см^3 концентрированной азотной кислоты в 500 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.2.7 Раствор азотной кислоты, 2 моль/дм^3

Растворяют 35 см^3 концентрированной азотной кислоты в 215 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.2.8 Раствор соляной кислоты, 4 моль/дм^3

Растворяют 170 см^3 концентрированной соляной кислоты в 330 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.2.9 Раствор гидроксида натрия, 0,4 %-ный

Растворяют 2 г гидроксида натрия в 500 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения в полиэтиленовой посуде не более 6 мес.

9.2.10 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм^3

Растворяют 20 г гидроксида натрия в 500 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения в полиэтиленовой посуде не ограничен.

9.2.11 Суспензия гидроксида алюминия

Растворяют 63 г алюмокалиевых квасцов в 500 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 1 дм^3, нагревают раствор до 60 °С и при постоянном перемешивании медленно прибавляют 28 см^3 аммиака водного. Дают смеси отстояться в течение 1 ч, а затем промывают несколько раз дистиллированной водой, сливая жидкость над осадком. Последняя промывная вода не должна давать положительной реакции на хлориды (проба с 10 %-ным раствором нитрата серебра). Полученную суспензию хранят при комнатной температуре под слоем дистиллированной воды в защищенном от света месте не более 3 мес.

9.2.12 Активный уголь

Подготовку к работе и регенерацию активного угля осуществляют в соответствии с приложением Б.

9.3 Установление точной молярной концентрации растворов нитрата серебра

9.3.1 Для установления точной молярной концентрации раствора нитрата серебра, 0,05 моль/дм^3, в коническую колбу вместимостью

250 см^3 с помощью пипетки с одной отметкой помещают 25,0 см^3 аттестованного раствора хлоридов с молярной концентрацией 0,01410 моль/дм^3, добавляют мерным цилиндром 75 см^3 дистиллированной воды и градуированной пипеткой 1 см^3 раствора хромата калия.

Раствор в колбе перемешивают и титруют раствором нитрата серебра с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 до появления красновато-оранжевого осадка.

Титрование повторяют и, при отсутствии расхождения в объемах раствора нитрата серебра более 0,05 см^3, за результат принимают среднее арифметическое значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см^3. Одновременно выполняют холостой опыт, используя для титрования 100 см^3 дистиллированной воды, отобранной мерным цилиндром.

Если для установления точной молярной концентрации раствора нитрата серебра используют аттестованный раствор хлоридов с молярной концентрацией 0,05000 моль/дм^3 (см. приложение А), в колбу помещают с помощью пипетки с одной отметкой 10,0 см^3 аттестованного раствора хлоридов, добавляют мерным цилиндром 90 см^3 дистиллированной воды и градуированной пипеткой 1 см^3 раствора хромата калия.

9.3.2 Для установления точной молярной концентрации раствора нитрата серебра, 0,02 моль/дм^3, в коническую колбу вместимостью 250 см^3 с помощью пипетки с одной отметкой помещают 10,0 см^3 аттестованного раствора хлоридов с молярной концентрацией 0,01410 моль/дм^3, добавляют мерным цилиндром 90 см^3 дистиллированной воды и градуированной пипеткой 1 см^3 раствора хромата калия.

Раствор в колбе перемешивают и титруют раствором нитрата серебра с молярной концентрацией 0,02 моль/дм^3 до появления красновато-оранжевого осадка. Титрование повторяют и, при отсутствии расхождения в объемах раствора нитрата серебра более 0,05 см^3, за результат принимают среднее арифметическое значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см^3. Одновременно выполняют холостой опыт, используя для титрования 100 см^3 дистиллированной воды, отобранной мерным цилиндром.

Если для установления точной молярной концентрации раствора нитрата серебра используют аттестованный раствор хлоридов с молярной концентрацией 0,05000 моль/дм^3 (см. приложение А), в колбу помещают с помощью пипетки с одной отметкой 5,0 см^3 аттестованного раствора хлоридов, добавляют мерным цилиндром 95 см^3 дистиллированной воды и градуированной пипеткой 1 см^3 раствора хромата калия.

9.3.3 Молярную концентрацию раствора нитрата серебра M_2, моль/дм^3, рассчитывают по формуле

$$M_2 = \frac{M_1 \cdot V_1}{V_2 - V_{хол}}, \qquad (1)$$

где M_1 – молярная концентрация аттестованного раствора хлоридов, моль/дм^3;

V_1 – объем аттестованного раствора хлоридов, см^3;

$\overline{V}_2$ – среднее арифметическое значение объема раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование аттестованного раствора хлоридов, см^3;

$V_{хол}$ – объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3.

Рассчитанное значение молярной концентрации раствора нитрата серебра округляют и записывают таким образом, чтобы оно содержало четыре значащие цифры.

10 Порядок выполнения измерений

10.1 Перед выполнением измерений массовой концентрации хлоридов в пробе воды неизвестного состава следует провести предварительную оценку их концентрации в соответствии с приложением В.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают пипеткой с одной отметкой аликвоту пробы воды, объем которой зависит от результата предварительной оценки и предполагаемой концентрации хлоридов.

Рекомендуемые объемы аликвоты проб воды для анализа при следующих концентрациях хлоридов составляют:

- от 10 до 250 мг/дм^3 включ., см^3.....100;
- св. 250 до 500 мг/дм^3 включ., см^3 ..... 50;
- св. 500 до 1000 (или 1300) мг/дм^3 включ., см^3 ..... 25 (20);
- св. 1000 до 2600 мг/дм^3.включ., см^3.. .....10;
- св. 2600 до 5500 мг/дм^3 включ., см^3..... 5;
- св. 5500 до 13000 мг/дм^3 включ., см^3..... 2;
- свыше 13000 мг/дм^3, см^3 .....1.

Если объем аликвоты пробы меньше 100 см^3, то в нее добавляют мерным цилиндром дистиллированную воду до 100 см^3.

Проба должна иметь pH от 6 до 9, в противном случае его доводят до этих значений с помощью раствора азотной кислоты, 0,1 моль/дм^3, или 0,4 %-ного раствора гидроксида натрия по универсальной индикаторной бумаге.

В пробу добавляют градуированной пипеткой 1 см^3 раствора хромата калия и при непрерывном перемешивании медленно титруют раствором нитрата серебра из бюретки. При массовой концентрации хлоридов 50 мг/дм^3 и менее для титрования используют раствор нитрата серебра с молярной концентрацией 0,02 моль/дм^3, более 50 мг/дм^3 – 0,05 моль/дм^3.

При титровании вначале появляется белый осадок хлорида серебра. При приближении к конечной точке титрования возникает оранжевая окраска, скорость исчезновения которой замедляется по мере титрования.

Окончание титрования определяют по неисчезающей при перемешивании оранжевой окраске, появляющейся от одной капли раствора нитрата серебра. Для более четкого установления конечной точки титрования целесообразно использовать «свидетель», в качестве которого используют недотитрованную пробу приблизительно с таким же содержанием хлоридов, как и в анализируемой пробе. Титрование повторяют и, если расхождение в объемах раствора нитрата серебра не превышает 0,1 $см^3$ при объеме нитрата серебра до 10 $см^3$ включительно и 0,2 $см^3$ при объеме нитрата серебра более 10 $см^3$, то проводят оперативный контроль повторяемости по 13.2. В случае неудовлетворительного результата оперативного контроля повторяемости повторяют титрование до получения допустимого расхождения результатов.

Одновременно с титрованием анализируемых проб для учета индикаторной ошибки выполняют титрование холостой пробы, в качестве которой используют 100 $см^3$ дистиллированной воды; при этом массовая концентрация хлоридов в дистиллированной воде не должна превышать значений, установленных ГОСТ 6709.

Сливы растворов, содержащих соли серебра, собирают в специальную посуду, затем обрабатывают и утилизируют согласно правилам обращения с солями серебра.

10.2 При выполнении измерений массовой концентрации хлоридов аргентометрическим методом в природных водах мешающие влияния практически отсутствуют, за исключением цветности, обусловленной присутствием гумусовых веществ и (или) железа.

При выполнении измерений в очищенных сточных водах мешающие влияния могут также оказывать высокие концентрации сульфидов (более 1 $мг/дм^3$), сульфитов (более 50 $мг/дм^3$), тиосульфатов (более 100 $мг/дм^3$), цианидов (более 1 $мг/дм^3$), тиоцианатов (более 2 $мг/дм^3$), аммиака (более 5 $мг/дм^3$), карбонатов (более 100 $мг/дм^3$), фосфатов (более 25 $мг/дм^3$).

10.3 Если анализируемая проба имеет высокую цветность, мешающую выполнению титрования, устранить ее можно одним из следующих способов:

– анализируемую воду медленно пропускают через колонку с активным углем, при этом первые 40 $см^3$ воды, прошедшие через колонку, следует отбросить;

– в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 200 $см^3$ анализируемой воды, приливают от 6,0 до 7,5 $см^3$ суспензии гидроксида алюминия и встряхивают до обесцвечивания жидкости. Дают пробе отстояться несколько минут и фильтруют через бумажный фильтр «белая лента», промытый дистиллированной водой. Первую порцию фильтрата следует отбросить.

10.4 При необходимости мешающее влияние карбонатов и аммиака устраняют подкислением пробы до pH от 6 до 7. Сульфиды,

сульфиты, тиосульфаты, цианиды разрушают, прибавляя к отмеренной для анализа слабощелочной пробе 1 см^3 пероксида водорода и оставляя на 10 мин.

Мешающее влияние перечисленных в 10.2 веществ можно также устранить разбавлением пробы, если исходная концентрация хлоридов достаточно высока.

10.5 Бромиды и йодиды титруются вместе с хлоридами в эквимолярных соотношениях. При выполнении измерений в природных водах, содержащих бромиды и йодиды в концентрациях намного ниже, чем концентрация хлоридов, их влиянием можно пренебречь; если же концентрации их известны (определены другими методиками), то из значения молярной концентрации хлоридов вычитают молярную концентрацию бромидов и йодидов.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию хлоридов в анализируемой пробе воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{35{,}45(V - V_{хол}) \cdot M \cdot 1000}{V_{пр}}, \qquad (2)$$

где 35,45 – молярная масса хлоридов, г/моль;

V – объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

$V_{хол}$ – объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3;

M – молярная концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм^3;

1000 – коэффициент пересчета, мг/г;

$V_{пр}$ – объем аликвоты пробы воды, взятый для титрования, см^3.

11.2 Если для устранения цветности использовали суспензию гидроксида алюминия, то в полученный результат следует ввести поправку на разбавление – умножить результат на коэффициент 1,03.

12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \ (P{=}0{,}95), \qquad (3)$$

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости $r_п$ ($2{,}77 \cdot \sigma_r$), мг/дм^3; при превышении предела повторяемости поступают согласно 13.2;

±Δ – границы абсолютной погрешности результатов измерения для данной массовой концентрации хлоридов, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

Абсолютные погрешности результатов измерений представляют числом, содержащим не более двух значащих цифр. Наименьшие разряды числовых значений результатов измерений принимают такими же, как и наименьшие разряды числовых значений абсолютных погрешностей результатов измерений.

12.2 Допустимо представлять результат в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_л \ (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (4)$$

где $\pm\Delta_л$ – границы абсолютной погрешности результатов анализа, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3.

12.3 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют анализ в соответствии с разделом 10.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_к = |X_1 - X_2|, \quad (5)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных измерений массовой концентрации хлоридов в пробе, мг/дм^3.

13.2.3 Предел повторяемости r_n, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2{,}77 \cdot \sigma_r, \quad (6)$$

где σ_r – показатель повторяемости для массовой концентрации, равной $(X_1 + X_2)/2$, мг/дм^3.

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \leq r_n. \quad (7)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (7) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля. В случае превышения предела повторяемости, поступают в соответствии ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

13.3.2 Результат контрольной процедуры $К_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = \overline{X''} + \left(\frac{100}{V} - 1\right) \cdot \overline{X'} - \overline{X} - C_д, \quad (8)$$

где $\overline{X''}$ – среднее арифметическое значение результатов контрольных измерений массовой концентрации хлоридов в пробе, разбавленной в $\frac{100}{V}$ раз с известной добавкой, мг/дм^3;

$\overline{X'}$ – среднее арифметическое значение результатов контрольных измерений массовой концентрации хлоридов в пробе, разбавленной в $\frac{100}{V}$ раз, мг/дм^3;

$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов контрольных измерений массовой концентрации хлоридов в рабочей пробе, мг/дм^3;

$C_д$ – концентрация добавки, мг/дм^3.

13.3.3 Норматив контроля К, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{лх''}^2 + \left(\frac{100}{V} - 1\right)^2 \cdot \Delta_{лх'}^2 + \Delta_{лх}^2}\ , \qquad (9)$$

где $\Delta_{лх''}$ ($\Delta_{лх'}$, $\Delta_{х}$) – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие концентрации хлоридов в разбавленной пробе с добавкой (разбавленной пробе, рабочей пробе), мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения абсолютной погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лх''}=0{,}84\cdot\Delta_{х''}$, $\Delta_{лх'}=0{,}84\cdot\Delta_{х'}$ и $\Delta_{лх}=0{,}84\cdot\Delta_{х}$, где $\Delta_{х''}$ ($\Delta_{х'}$, $\Delta_{х}$) – значения абсолютной погрешности результатов измерений, соответствующие концентрации хлоридов в разбавленной пробе с добавкой (разбавленной пробе, рабочей пробе), мг/дм^3.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (10)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости R, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77\cdot\sigma_R, \qquad (11)$$

где σ_R – показатель воспроизводимости, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5) или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованного раствора хлорида натрия АР-Cl для установления точной молярной концентрации растворов нитрата серебра

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованного раствора хлорида натрия, предназначенного для установления точной молярной концентрации растворов нитрата серебра и контроля точности результатов измерений массовой концентрации хлоридов в природных и очищенных сточных водах аргентометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

А.2.1 Аттестованное значение молярной концентрации хлоридов в аттестованном растворе АР-Cl составляет 0,05000 моль/дм^3 (массовой концентрации 1,7725 мг/см^3).

А.2.2 Границы погрешности установления аттестованного значения молярной концентрации хлоридов в аттестованном растворе АР-Cl составляют ±0,00007 моль/дм^3 (массовой концентрации ±0,0026 мг/см^3) (P=0,95).

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства

А.3.1 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 или ГОСТ OIML R 76-1-2011, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

А.3.2 Колба мерная 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 500 см^3.

А.3.3 Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82.

А.3.4 Воронка лабораторная, тип В по ГОСТ 25336-86 диаметром 56 мм.

А.3.5 Чашка выпарительная № 2 по ГОСТ 9147-80.

А.3.6 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82.

А.3.7 Хлорид кальция обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч.

А.3.8 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233-77, х.ч. Массовая доля основного вещества не менее 99,9 %.

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.5 Процедура приготовления аттестованного раствора AP-Cl

На весах специального класса точности взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 1,4610 г хлорида натрия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре (260±10) °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе до комнатной температуры. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят раствор до метки на колбе и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию хлоридов 1,7725 $мг/см^3$ и молярную концентрацию 0,05000 $моль/дм^3$.

При отборе навески хлорида натрия, отличной от значения 1,4610 г, концентрации и погрешности аттестованного раствора AP-Cl рассчитывают по А.6.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора AP-Cl

Аттестованное значение молярной концентрации хлоридов M_1, $моль/дм^3$, рассчитывают по формуле

$$M_1 = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot 58{,}44}, \qquad (А.1)$$

где m – масса навески хлорида натрия, г;

1000 – коэффициент пересчета, мг/г;

V – вместимость мерной колбы, $см^3$;

58,44 – молярная масса хлорида натрия, г/моль.

Аттестованное значение массовой концентрации хлоридов C_1, $мг/см^3$, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 35{,}45 \cdot 1000}{V \cdot 58{,}44}, \qquad (А.2)$$

где 35,45 – молярная масса хлоридов, г/моль;

Расчет предела возможных значений погрешности установления молярной концентрации хлоридов в растворе AP-Cl Δ, $моль/дм^3$, проводится по формуле

$$\Delta = M_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}. \qquad (А.3)$$

где Δ_μ – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ – массовая доля основного вещества (NaCl) в реактиве, приписанная реактиву квалификации х.ч., %;

Δ_m – предельная возможная погрешность взвешивания, г;

Δ_V – предельное значение возможного отклонения объема мерной колбы от номинального значения, см^3.

Расчет предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации хлоридов в растворе АР-Cl Δ, мг/см^3, проводится по формуле

$$\Delta = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \qquad (A.4)$$

Погрешность установления молярной концентрации хлоридов в растворе АР-Cl равна

$$\Delta = 0{,}05000 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}1}{99{,}9}\right)^2 + \left(\frac{0{,}001}{1{,}461}\right)^2 + \left(\frac{0{,}4}{500}\right)^2} = 0{,}00007 \text{ моль/дм}^3.$$

Погрешность установления массовой концентрации хлоридов в растворе АР-Cl равна

$$\Delta = 1{,}7725 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}1}{99{,}9}\right)^2 + \left(\frac{0{,}001}{1{,}461}\right)^2 + \left(\frac{0{,}4}{500}\right)^2} = 0{,}0026 \text{ мг/см}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации исполнителей

Аттестованный раствор может готовить специалист с высшим или средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

А.9 Требования к маркировке

На флакон с аттестованным раствором должна быть наклеена этикетка с указанием условного обозначения аттестованного раствора, значения массовой концентрации хлоридов в растворе, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР-Cl хранят в склянке с притертой стеклянной или пластиковой пробкой при комнатной температуре не более 6 мес.

Приложение Б
(обязательное)

Подготовка активного угля

Активный уголь помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ (слой угля должен быть не более 1/3 высоты колбы) добавляют 150 $см^3$ раствора соляной кислоты, 4 моль/$дм^3$, и кипятят 2 ч, накрыв колбу часовым стеклом. Если раствор кислоты окрашивается, то его сливают и повторяют процедуру до тех пор, пока он не останется бесцветным. Уголь отмывают дистиллированной водой до значения pH, соответствующего pH дистиллированной воды по универсальной индикаторной бумаге. Воду сливают, добавляют 150 $см^3$ раствора гидроксида натрия, 1 моль/$дм^3$, и выдерживают не менее 8 ч. Если появляется окраска, раствор гидроксида натрия сливают и процедуру повторяют до тех пор, пока он не останется бесцветным.

Очищенный уголь отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге. Хранят в склянке под слоем дистиллированной воды не более 6 мес.

После пропускания каждой пробы воды уголь в колонке регенерируют промыванием 0,4 %-ным раствором гидроксида натрия до исчезновения окраски последнего, затем дистиллированной водой до нейтральной реакции.

Приложение В
(рекомендуемое)

Предварительная оценка концентрации хлоридов в неизвестной пробе воды

В пробирку приливают 5 $см^3$ анализируемой воды, добавляют две капли раствора азотной кислоты, 0,5 моль/$дм^3$, и три капли 10 %-ного раствора нитрата серебра. По характеру появляющейся мути (осадка) оценивают ориентировочную концентрацию хлоридов в соответствии с таблицей В.1.

Таблица В.1

Характер помутнения пробы	Ориентировочная концентрация хлоридов, мг/$дм^3$
Слабая муть	От 1 до 10 включ.
Сильная муть	Св. 10 до 50 включ.
Плавающие хлопья	Св. 50 до 100 включ.
Оседающие хлопья	Св. 100 до 250 включ.
Белый объемистый осадок	Св. 250

Ключевые слова: хлориды, методика измерений, природная вода, аргентометрическое титрование, массовая концентрация

Лист регистрации изменений

Номер изме-нения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изм.	введения изм.

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

344090, г. Ростов-на-Дону
пр. Стачки, 198

Факс: (863) 222-44-70
Телефон (863) 297-51-63
E-mail: info@gidrohim.com

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики измерений № 407.RA.RU.311345-2017

Методика измерений массовой концентрации хлоридов в водах аргентометрическим методом,

разработанная федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»), пр-т Стачки, д. 198, г. Ростов-на-Дону

и регламентированная РД 52.24.407-2017 «Массовая концентрация хлоридов в водах. Методика измерений аргентометрическим методом» на 26 с.,

аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга от 15.12.2015 г. № 4091.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы экспериментальных исследований.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует метрологическим требованиям, приведенным в Федеральном законе от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».

Показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности приведены в приложении на 1 л., являющемся неотъемлемой частью настоящего свидетельства.

Директор М.М. Трофимчук

Главный метролог А.А. Назарова

Дата выдачи свидетельства 29.06.2017.

Приложение
к свидетельству № 407.RA.RU.311345–2017
об аттестации методики измерений массовой концентрации хлоридов в водах аргентометрическим методом

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерения массовой концентрации хлоридов X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 10,0 до 1000,0 включ.	0,6+0,004·X	0,6+0,011·X	0,6+0,011·X	1,4+0,030·X
Св. 1000,0 до 20000 включ.	0,3+0,002·X	2,0+0,005·X	3,0+0,003·X	7,0+0,011·X

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерения массовой концентрации хлоридов X, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в лаборатории) R, мг/дм^3
От 10,0 до 1000,0 включ.	1,7+0,011·X	1,7+0,030·X
От 1000,0 до 20000 включ.	0,8+0,006 X	5,5+0,014·X

При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.407-2017.

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

Заведующий лабораторией
методов и технических
средств анализа вод,
канд. хим. наук Ю.А. Андреев

gost.e-ecolog.ru