ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ
«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



В.В. Новиков
"01" марта 2017 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРЁННОГО КИСЛОРОДА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ЙОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:3.101-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(Издание 2017 г)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации № RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен предыдущего издания ПНД Ф 14.1:2.101-97 и действует до выхода нового издания с 01 июня 2017 года.

Сведения об аттестованной методике измерений переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» Сучков

Научно-производственное предприятие "Акватест"

Разработчик: © ООО НПП «Акватест»
Адрес: 344022, г. Ростов-на-Дону, ул. Журавлева, 44
тел./факс: (863) 292 30 18; (863) 263 80 33
e-mail: agost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
gost.e-ecolog.ru

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой концентрации растворённого кислорода в пробах природных (поверхностных и подземных) и сточных (производственных, хозяйственно-бытовых, очищенных) вод в диапазоне от 1,0 до 15,0 мг/дм^3 титриметрическим методом.

Измерениям мешают окислители, восстановители, окрашенные и взвешенные вещества. Мешающие влияния после их выявления устраняют предварительной обработкой отобранной пробы перед заполнением кислородных склянок или добавлением реагентов в кислородные склянки (п. 11).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-2015 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

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 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 435-77 Реактивы. Марганец (II) сернокислый 5-водный. Технические условия.

ГОСТ 612-75 Реактивы. Марганец (II) хлористый 4-водный. Технические условия.

ГОСТ 624-70 Кислота салициловая (2-оксибензойная) техническая. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 3758-75 Реактивы. Алюминий сернокислый 18-водный. Технические условия.

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 4139-75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия.

ГОСТ 4159-79 Реактивы. Йод. Технические условия.

ГОСТ 4165-78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия.

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия.

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия (с Изменениями № 1, 2).

ГОСТ 8422-76 Реактивы. Натрий йодистый 2-водный. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 16317-87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 20848-75 Реактивы. Калий фтористый 2-водный. Технические условия.

ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы. Основные параметры и размеры.

ГОСТ 27068-86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия.

ГОСТ 27384-2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р 54562-2011 Известь хлорная. Технические условия.

ГОСТ Р 55878-2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14.

ТУ 6-09-1678-95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).

ТУ 6-09-2437-79 Сульфаминовая кислота (амидосульфокислота) квалификации «чистый», «хч».

ТУ 25-11.1513-79 Барометр метеорологический БАММ-1.

ТУ 64-1-909-80 Шкафы сушильно-стерилизационные ШСС-80П.

ТУ 2642-581-00205087-2007 Стандарт-титры для титриметрии.

ТУ 4320-012-29508133-2009 Склянки для реактивов с притертой пробкой.

ТУ 9464-001-52876351-2000 Склянки для инкубации при определении БПК.

ФС.2.1.0033.15 Салициловая кислота фармакопейная.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Титриметрический метод определения массовой концентрации растворённого кислорода основан на его реакции с гидроксидом марганца (II) в щелочной среде. Последний количественно связывает кислород, переходя при этом в соединение марганца (IV). При подкислении пробы в присутствии избытка йодида калия образуется йод, количество которого эквивалентно содержанию растворённого кислорода и определяется титрованием раствором тиосульфата натрия.

4 ТРЕБОВАНИЯ К ПОКАЗАТЕЛЯМ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1 Методика измерений должна обеспечивать выполнение измерений с погрешностью (неопределенностью), не превышающей норм точности измерений показателей состава и свойств вод, установленных ГОСТ 27384.

4.2 Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений 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, внутрилабораторной прецизионности

Диапазон измерений массовой концентрации растворённого кислорода, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_л$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{Rл}$, %
От 1,0 до 15,0 включ.	16	5	8

5 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

5.1 Средства измерений, лабораторная посуда, вспомогательные устройства

Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г	ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1
Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 вместимостью 100, 500, 1000 см^3	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1 вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3	ГОСТ 29227
Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 вместимостью 5, 10, 50 и 100 см^3	ГОСТ 29169
Бюретки 2 класса точности исполнения 1, 3 вместимостью 2, 10 и 25 см^3	ГОСТ 29251
Цилиндры мерные 2 класса точности исполнения 1, 3 вместимостью 10, 50, 100, 250 и 500 см^3	ГОСТ 1770
Термометр от 0 до 100 °С 2 класса точности	ГОСТ 28498
Колбы конические Кн исполнения 2 вместимостью 100 и 250 см^3	ГОСТ 25336
Стаканы В-1, ТХС вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см^3	ГОСТ 25336
Воронка лабораторная типа В диаметром 75 или 100 мм	ГОСТ 25336
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8 и СВ-34/12	ГОСТ 25336

Трубки хлоркальциевые ТХ-П-1-17(25)	ГОСТ 25336
Колба с тубусом (Бунзена) вместимостью 0,25 или 0,5 дм^3	ГОСТ 25336
Воронка Бюхнера № 1 или 2	ГОСТ 9147
Склянки для реактивов из светлого стекла с узкой горловиной и притертой (массивной) пробкой вместимостью 125 или 250 см^3	ТУ 4320-012-29508133
или	
склянки для инкубации при определении БПК вместимостью 100, 150 или 250 см^3	ТУ 9464-001-52876351
или	
колбы конические со шлифом и пробкой Кн-1-100-14/23 ПМ вместимостью 100 см^3	ГОСТ 25336
Склянки для реактивов с притертой массивной пробкой вместимостью 500 или 1000 см^3	ТУ 4320-012-29508133
Шпатель	ГОСТ 9147
или стеклянная лопатка	
Палочка стеклянная 20-30 см диаметром 5-8 мм	
Отрезок гибкой пластиковой трубки длиной 50-70 см и внутренним диаметром 6-8 мм (сифон)	
Склянки для хранения растворов из светлого и темного стекла с завинчивающимися или притертыми пробками вместимостью 100, 250, 500, 1000 см^3	
Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения растворов вместимостью 100, 250, 500, 1000 см^3	
Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Шкаф сушильный общелабораторного назначения с температурой нагрева до 130 °С	ТУ 64-1-909-80
Холодильник для хранения реактивов и проб, обеспечивающий температуру (+2 ÷ +5) °С	ГОСТ 16317
Насос вакуумный любого типа	
Барометр-анероид метеорологический БАММ-1	ТУ 25-11.1513
Поддон для кислородных склянок	

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерений, лабораторной посуды и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п. 5.1.

5.2 Реактивы и материалы

Марганец (II) хлористый 4-водный	ГОСТ 612
или	
марганец (II) сернокислый 5-водный	ГОСТ 435
Калий йодистый	ГОСТ 4232
или	
натрий йодистый 2-водный	ГОСТ 8422
Калий двухромовокислый стандарт-титр, С (1/6 $K_2Cr_2O_7$) (0,1 н)	ТУ 2642-581-00205087
или	
калий двухромовокислый	ГОСТ 4220
Натрий серноватистокислый стандарт-титр, 0,1 н	ТУ 2642-581-00205087
или	
натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный	ГОСТ 27068
Йод	ГОСТ 4159
Натрия гидроокись (гидроксид натрия)	ГОСТ 4328
или	
калия гидроокись (гидроксид калия)	ГОСТ 24363
Натрий углекислый	ГОСТ 83
Натрий сернокислый	ГОСТ 4166
Известь хлорная. Технические условия	ГОСТ Р 54562
или	
Хлоритекс (дезинфицирующий препарат для бассейнов) в таблетках или гранулах	
Калий фтористый 2-водный	ГОСТ 20848
Калий роданистый	ГОСТ 4139
Алюминий сернокислый 18-водный	ГОСТ 3758
Кислота соляная	ГОСТ 3118
или	
кислота серная	ГОСТ 4204
Сульфаминовая кислота (амидосульфокислота)	ТУ 6-09-2437
Медь (II) сернокислая 5-водная	ГОСТ 4165
Аммиак водный	ГОСТ 3760
Хлороформ	ГОСТ 20015
Крахмал растворимый	ГОСТ 10163
Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный	ГОСТ Р 55878

Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» или «красная 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 солей марганца квалификации ч.

Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с характеристиками не хуже указанных в п. 5.2.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ12.1.007.

6.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

6.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.5. Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или средним специальным химическим образованием или с опытом работы в аналитической лаборатории, владеющие техникой титриметрического анализа и показавшие удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

8 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.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1. Отбор проб для выполнения измерений массовой концентрации кислорода производится в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 17.1.5.05.

9.2. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 31861 и ГОСТ 17.1.5.04.

9.3. Посуду, предназначенную для отбора и обработки проб, промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой. При наличии на стенках посуды трудно отмываемых жироподобных загрязнений от предыдущих проб её моют раствором соды (при необходимости ацетоном, хлороформом) с последующим промыванием водопроводной и дистиллированной водой.

9.4. Пробы воды из глубинных слоев природных водных объектов отбирают с помощью батометра Молчанова, Рутнера или других батометров. Пробы природных вод из поверхностных горизонтов и сточных вод отбирают пробоотборниками соответствующих конструкций со стеклянными или пластиковыми емкостями. Допускается в качестве пробоотборников использовать металлические емкости (эмалированные или из нержавеющей стали).

В зависимости от наличия или отсутствия мешающих влияний, выявляемых в соответствии с п. 11.1, отобранную пробу или сразу переливают в склянки, в которых будет производиться фиксация кислорода (далее – **кислородные склянки**), или предварительно обрабатывают в склянке вместимостью 500 или 1000 $см^3$ соответствии с п. 11.2.

Проба для измерения массовой концентрации кислорода должна быть первой, взятой из пробоотборника для дальнейшей обработки.

При переливе отобранной пробы воды в кислородные склянки или в склянку для предварительной обработки из батометров с краном пластиковую трубку присоединяют к крану, опускают ее до дна склянки и открывают кран. При переливе из пробоотборников без крана или пробоотборников-емкостей пластиковая трубка используется как сифон, погруженный в нижнюю часть водного столба в пробоотборнике.

Кислородные склянки ополаскивают отбираемой анализируемой водой, заполняют доверху и продолжают ток воды до тех пор, пока ее выльется еще не менее 50 % от объема склянки. При заполнении второй или нескольких склянок трубку переносят для заполнения очередной склянки, не прекращая тока воды из батометра или сифона. Склянки должны быть заполнены пробой воды до краев и не иметь внутри на стенках пузырьков воздуха.

9.5. Сразу после заполнения склянок производят обработку проб и фиксацию растворенного кислорода в соответствии с п. 11. Срок хранения зафиксированных проб не более 24 ч в темном, защищенном от света месте.

9.6. Во время отбора проб измеряется температура воды на месте отбора. Для этого (0,8-1) $дм^3$ воды переливают из пробоотборника в

пластиковую или стеклянную емкость, погружают термометр в воду, а емкость с термометром помещают в место, не подвергающееся тепловому воздействию. Через 5 мин фиксируют с точностью ±0,5 °С температуру воды, не вынимая термометр из емкости.

9.7. Если требуется расчет степени насыщения пробы воды растворенным кислородом, фиксируют показываемое барометром атмосферное давление во время отбора пробы. Расчет производится в соответствии с приложением В.

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

- цель анализа;
- место, дата и время отбора;
- температура воды при отборе пробы и атмосферное давление;
- номер (шифр) пробы;
- должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор хлорида или сульфата марганца (II)

(210±1) г марганца (II) хлористого 4-водного ($MnCl_2 \cdot 4H_2O$) или (260±1) г марганца (II) сернокислого 5-водного ($MnSO_4 \cdot 5H_2O$) растворяют в (300-350) $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доливают дистиллированной водой до метки на колбе. Хранят в плотно закрытой склянке не более 3 месяцев.

10.1.2 Щелочной раствор йодида калия или натрия

(15±1) г калия йодистого (KI) или (18±1) г натрия йодистого 2-водного ($NaI \cdot 2H_2O$) растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды, а (50±1) г гидроксида натрия (NaOH) в 50 $см^3$ дистиллированной воды. Полученные растворы смешивают в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки на колбе. При наличии мути раствор фильтруют. Хранят в склянке из темного стекла с плотной резиновой пробкой не более 6 месяцев.

10.1.3 Раствор кислоты (соляной 2:1 или серной 1:4)

Для приготовления раствора соляной кислоты 340 $см^3$ концентрированной соляной кислоты добавляют к 170 $см^3$ дистиллированной воды.

Для приготовления раствора серной кислоты 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты смешивают с 400 $см^3$ дистиллированной воды.

Растворы кислот устойчивы при хранении в плотно закрытой посуде в течение 6 месяцев.

Проверку чистоты растворов соли марганца, йодида калия (или натрия), соляной или серной кислоты (далее - **кислоты**) и их очистку осуществляют, как описано в п. 10.2.

10.1.4 Раствор крахмала, 0,5 %

(0,5±0,1) г крахмала взбалтывают с (15-20) $см^3$ дистиллированной воды. Суспензию постепенно приливают к (80-85) $см^3$ кипящей дистиллированной воды и кипятят еще 2-3 мин. После охлаждения консервируют добавлением двух-трёх капель хлороформа или нескольких кристалликов салициловой кислоты. Раствор годен до помутнения.

10.1.5 Раствор бихромата калия с молярной концентрацией С (1/6 $K_2Cr_2O_7$) 0,02 моль/$дм^3$

При использовании стандарт-титра 0,1 н раствор бихромата калия ($K_2Cr_2O_7$) готовят в соответствии с документом на стандарт-титр. Затем пипеткой с одной отметкой отбирают 100 $см^3$ полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Для приготовления раствора из навески бихромата калия отвешивают (0,4904±0,0005) г $K_2Cr_2O_7$, предварительно высушенного в течение 2 ч при (105±5) °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой темной склянке в течение 6 месяцев.

10.1.6 Раствор тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,02 моль/$дм^3$

При использовании стандарт-титра 0,1 н раствор готовят в соответствии с документом на стандарт-титр. Затем отбирают пипеткой с одной отметкой 100 $см^3$ полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Для приготовления раствора из навески (2,50±0,01) г натрия серноватистокислого 5-водного ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки на колбе.

В качестве консерванта к раствору добавляют (100±20) мг карбоната натрия или (2-3) $см^3$ хлороформа. Перед определением точной концентрации раствор выдерживают не менее пяти дней.

Хранят в холодильнике в склянке из тёмного стекла с плотно закрытой пробкой.

Точную концентрацию раствора тиосульфата натрия определяют, как описано в п. 10.4 не реже одного раза в неделю или в день использования.

При изменении концентрации раствора на ±3% от первоначально установленной его готовят заново.

10.1.7 Смешанный раствор сульфаминовой кислоты и сульфата меди

(31,5±0,5) г меди (II) сернокислой 5-водной ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) и (20,0±0,5) г сульфаминовой кислоты растворяют в 250 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в склянке из темного стекла не более 4 месяцев.

10.1.8 Раствор фторида калия

(40±1) г калия фтористого 2-водного ($KF \cdot 2H_2O$) растворяют в 60 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор устойчив в течение 6 месяцев.

10.1.9 Раствор гипохлорита натрия

Готовят из хлорной извести или хлоритекса в соответствии с приложением А.

10.1.10 Смешанный раствор сульфата и гипохлорита натрия

(50±1) г сульфата натрия растворяют в 160 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют такое количество раствора гипохлорита натрия (приложение А), чтобы смешанный раствор содержал (0,30±0,05) % активного хлора.

Раствор хранят в темной склянке в холодильнике не более 1 месяца.

10.1.11 Смешанный раствор сульфата натрия и роданида калия

(50±1) г сульфата натрия и (2,0±0,1) г роданида калия растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение 4 месяцев.

10.1.12 Раствор сульфата алюминия

(35±1) г алюминия сернокислого 18-водного ($A1_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$) растворяют в 55 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

10.1.13 Раствор сульфаминовой кислоты

(8,0±0,1) г сульфаминовой кислоты растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 3 месяцев.

10.1.14 Раствор йода

(0,30±0,02) г йода и (1,0±0,1) г KI растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 3 месяцев.

10.2 Проверка чистоты и очистка используемых реактивов и растворов

10.2.1 Йодид калия (натрия)

Для проверки чистоты йодида калия (1,0±0,1) г KI растворяют в 100 $см^3$ свежепрокипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды, добавляют 10 $см^3$ раствора кислоты (п. 10.1.3) и 1 $см^3$ раствора крахмала (п. 10.1.4).

Если в течение 5 мин голубая окраска не появляется, реактив пригоден для использования. В противном случае йодид калия должен быть очищен от

свободного йода. Для этого (30-40) г KI помещают в воронку Бюхнера и промывают при перемешивании охлажденным до (3÷5) °С этиловым спиртом до появления бесцветной порции последнего. Промытый KI сушат в темноте между листами фильтровальной бумаги в течение суток. Хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

Проверку чистоты и очистку NaI проводят аналогичным образом.

10.2.2 Раствор хлорида (сульфата) марганца

К 100 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды добавляют 1 см^3 раствора соли марганца приготовленного по п. 10.1.1, (0,20±0,01) г сухого йодида калия, прошедшего проверку на чистоту (п. 10.2.1), 5 см^3 раствора кислоты (п. 10.1.3) и 1 см^3 раствора крахмала (п. 10.1.4). Отсутствие через 10 мин синей окраски указывает на чистоту реактива. В противном случае для очистки раствора на каждые 100 см^3 его добавляют (1,0±0,1) г безводного карбоната натрия, хорошо перемешивают, отстаивают в течение суток, а затем фильтруют.

10.2.3 Раствор кислоты

К 50 см^3 дистиллированной воды добавляют 1 см^3 раствора крахмала, (1,0±0,1) г сухого чистого KI и 10 см^3 раствора кислоты (п. 10.1.3). Если в течение 5 мин не появится синяя окраска, кислота может быть использована в анализе, в противном случае следует заменить исходный реактив.

10.3 Измерение точной вместимости (калибровка) кислородных склянок

Точную вместимость кислородных склянок измеряют в соответствии с приложением Б.

10.4 Установление точной концентрации раствора тиосульфата натрия

В колбу для титрования помещают 90 см^3 дистиллированной воды, пипеткой с одной отметкой добавляют 5,0 см^3 раствора бихромата калия (п. 10.1.5), (0,50±0,05) г сухого KI и 5 см^3 раствора кислоты (п. 10.1.3).

Раствор перемешивают, выдерживают 5 мин в темном месте и титруют раствором тиосульфата натрия (п. 10.1.6) до появления слабо-желтой окраски. Затем добавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Повторяют титрование и, если расхождение между величинами объемов титранта не превышает 0,05 см^3, за результат принимают их среднее значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см^3.

Точную концентрацию раствора тиосульфата натрия находят по формуле:

$$C_т = \frac{C_б \cdot V_б}{V_т}\ , \qquad (1)$$

где $C_т$ – концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3;
$C_б$ – концентрация раствора бихромата калия, моль/дм^3;
$V_т$ – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;
$V_б$ – объем раствора бихромата калия, взятый для титрования, см^3.

11 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ И ФИКСАЦИЯ РАСТВОРЁННОГО КИСЛОРОДА

11.1 Выявление компонентов пробы, мешающих измерениям

Перед отбором проб для заполнения кислородных склянок отбирают предварительную пробу для выявления в анализируемой воде взвешенных и окрашенных веществ, окислителей и восстановителей. Если присутствие в воде взвешенных и окрашенных веществ не мешает провести качественные пробы на окислители и восстановители, выполняют следующие процедуры.

В колбу вместимостью 100 см^3 помещают (50-60) см^3 анализируемой воды добавляют 0,5 см^3 раствора кислоты (п. 10.1.3), несколько крупинок (приблизительно 0,2-0,3 г) йодида калия или натрия, несколько капель раствора крахмала (п. 10.1.4) и взбалтывают. Появление голубой окраски свидетельствует о присутствии в воде окислителей (железа (III), свободного хлора, гипохлоритов, хлораминов, диоксида хлора, нитритов, пероксидов).

Если раствор остается бесцветным, в него добавляют 0,2 см^3 раствора йода (п. 10.1.14) и взбалтывают. Отсутствие голубой окраски свидетельствует о наличии в анализируемой воде восстановителей (сульфидов, сульфитов, железа (II), некоторых органических соединений).

Если большое содержание взвешенных веществ не позволяет провести описанные качественные реакции, выполняют их с тем же объёмом воды после ее отстаивания или фильтрования.

Если качественные реакции на окислители и восстановители затруднительно выполнить из-за высокой цветности пробы, их проводят после соосаждения окрашенных веществ с гидроксидом алюминия.

В зависимости от наличия в анализируемой воде мешающих компонентов устраняют их влияние обработкой отобранной для измерений пробы в соответствии с п. 11.2-11.3.

11.2 Устранение мешающего влияния взвешенных и окрашенных веществ

Если проба воды содержит грубые, быстро осаждающиеся взвеси, пробу осветляют отстаиванием в склянке вместимостью 500 или 1000 см^3 в

течение 20-30 мин. Для этого воду из пробоотборника сифоном переносят в склянку, опуская сифон до ее дна. После заполнения склянки продолжают ток воды до тех пор, пока ее выльется еще не менее 30% от объема склянки, и закрывают ее пробкой. Склянка должна быть заполнена пробой воды до краев и не иметь на стенках пузырьков воздуха.

При анализе проб воды с взвесью активного ила микроорганизмы последнего вызывают быстрое снижение концентрации кислорода вследствие своей жизнедеятельности. Для подавления этого процесса в склянку добавляют пипеткой, погружая её на глубину 3-5 см, смешанный раствор сульфаминовой кислоты и сульфата меди (п. 10.1.7) из расчета 1 $см^3$ на 200 $см^3$ воды и перемешивают содержимое склянки (10-15)-кратным переворачиванием.

После того, как слой осадка будет занимать не более половины высоты склянки, воду над осадком переливают сифоном в кислородные склянки.

Если вода содержит трудно осаждаемые взвешенные и окрашенные вещества, допускается их соосаждение с гидроксидом алюминия. Для этого добавляют в пробу 4 $см^3$ раствора сульфата алюминия (п. 10.1.12), 2 $см^3$ аммиака водного, закрывают склянку и перемешивают содержимое (10-15)-кратным переворачиванием склянки.

После того, как слой осадка будет занимать не более половины высоты склянки, воду над осадком переливают сифоном в кислородные склянки.

При необходимости устраняют мешающее влияние окислителей или восстановителей (п. 11.3) и выполняют фиксацию растворенного кислорода в соответствии с п. 11.4.

11.3 Устранение мешающего влияния окислителей и восстановителей

Из мешающих измерениям окислителей наиболее существенными являются железо (III), нитриты, свободный хлор и его соединения различной степени окисления, образующиеся в процессе хлорирования воды. Влияние железа (III) устраняют внесением в пробу в кислородной склянке 1 $см^3$ раствора фторида калия (п. 10.1.8), влияние нитритов – добавлением 0,5 $см^3$ раствора сульфаминовой кислоты (п. 10.1.13). Поскольку концентрация нитритов, как правило, неизвестна, раствор сульфаминовой кислоты добавляют в каждую пробу, за исключением случая, когда в ходе осаждения взвесей в пробу уже добавляли смешанный раствор, содержащий сульфаминовую кислоту (п. 11.2).

При необходимости удаления свободного хлора и его производных в заполненную кислородную склянку перед внесением в пробу раствора хлорида (сульфата) марганца добавляют 1 $см^3$ раствора сульфата натрия и роданида калия.

После добавления реактивов кислородную склянку закрывают пробкой и перемешивают содержимое (10-15)-кратным переворачиванием.

Для удаления восстановителей в пробу воды в кислородной склянке добавляют 0,5 $см^3$ раствора кислоты (п. 10.1.3) и 0,5 $см^3$ смешанного раствора сульфата и гипохлорита натрия (п. 10.1.10). Склянку закрывают пробкой, перемешивают (10-15)-кратным переворачиванием и оставляют в темном месте. Через 30 мин для удаления избытка гипохлорита добавляют 1 $см^3$ смешанного раствора роданида калия и сульфата натрия (п. 10.1.11). Пробу перемешивают и через 10 мин фиксируют растворенный кислород.

11.4 Фиксация растворённого кислорода

Для фиксации растворённого кислорода в склянку с пробой воды последовательно вводят отдельными пипетками 1 $см^3$ или 2 $см^3$ раствора хлорида (сульфата) марганца (п. 10.1.1) и 1 $см^3$ или 2 $см^3$ щелочного раствора йодида калия или натрия (п. 10.1.2) при вместимости кислородной склянки до 150 $см^3$ и более 150 $см^3$ соответственно. Пипетки погружают каждый раз до половины склянки и по мере выливания раствора поднимают вверх. Затем быстро закрывают склянку пробкой таким образом, чтобы в ней не оставалось пузырьков воздуха, и содержимое тщательно перемешивают (15-20)-кратным переворачиванием склянки до равномерного распределения осадка в воде.

Склянки с зафиксированными пробами помещают в темное место для отстаивания (не менее 20 мин и не более 24 ч).

12. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

К пробе с отстоявшимся осадком (п. 11.4) приливают 5 $см^3$ раствора кислоты (п. 10.1.3), погружая при этом пипетку до осадка (не взмучивать!) и медленно поднимая ее вверх по мере опорожнения. Процедуру добавления раствора кислоты проводят таким образом, чтобы после опорожнения пипетки склянка была заполнена доверху. Вытеснение из склянки части прозрачной жидкости на результат измерений не влияет.

После добавления раствора кислоты склянку закрывают пробкой и содержимое перемешивают (15-20)-кратным переворачиванием склянки. Пипеткой с одной отметкой из склянки отбирают 50 $см^3$ раствора (пипетку предварительно ополаскивают этим раствором), переносят его в колбу для титрования и титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (п. 10.1.6) до тех пор, пока он не станет светло-желтым. Затем прибавляют 1 $см^3$ раствора крахмала (п. 10.1.4) и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

При ожидаемой концентрации кислорода в пробе более 3 $мг/дм^3$ используют бюретку вместимостью 10 $см^3$. Если предполагается, что концентрация кислорода в пробе менее 3 $мг/дм^3$, отбирают аликвоту из

кислородной склянки 100 см^3, или используют весь раствор в склянке, или титруют аликвоту 50 см^3 из бюретки вместимостью 2 см^3.

Аналогичным образом обрабатывают и титруют параллельную пробу из второй склянки.

13 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 Массовую концентрацию растворённого кислорода в анализируемой пробе воды X, мг/дм^3, находят по формуле:

$$X = \frac{8{,}0 \cdot C_T \cdot V_T \cdot V \cdot 1000}{V_1 \cdot [V - (V_2 + V_3)]}, \quad (2)$$

где $C_т$ – концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3;

$V_т$ – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;

V – точная вместимость кислородной склянки, см^3;

V_1 – объем аликвоты, отобранный для титрования тиосульфатом, см^3;

V_2 – суммарный объем растворов хлорида марганца и йодида калия, добавленных в кислородную склянку при фиксации растворенного кислорода, см^3;

V_3 – суммарный объем растворов, добавленных в кислородную склянку для устранения (если оно проводилось) мешающего влияния окислителей или восстановителей, см^3;

8,0 – масса ммоля кислорода, эквивалентная 1 ммолю тиосульфата натрия, мг/ммоль.

13.2 За результат измерений $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений X_1 и X_2:

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r, \quad (4)$$

где r – предел повторяемости (14 % для всего диапазона измерений).

Если расхождение превышает предел повторяемости, при наличии достаточного объёма пробы выполняют повторное титрование растворов из обеих склянок. При повторном расхождении результаты измерений анализируемой пробы бракуются и выясняются причины, приводящих к этим результатам.

Если для титрования содержимое склянок использовано полностью и повторные измерения провести невозможно, результаты также бракуются.

14 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$(X_{ср} \pm \Delta_л)$ мг/дм^3, P=0,95,

где $\Delta_л$ - показатель точности методики.

Значение $\Delta_л$ рассчитывают по формуле:

$$\Delta_л = 0{,}01 \cdot \delta_л \cdot X_{ср} \qquad (5)$$

Значение $\delta_л$ приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять с указанием значения характеристики погрешности результатов измерений, установленного при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемого контролем стабильности результатов измерений. Установленное при реализации методики в лаборатории значение характеристики погрешности результатов измерений не должно превышать значения $\Delta_л$, рассчитанного по формуле (5).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обеспечение достоверности измерений в пределах лаборатории организуют и проводят путем проведения проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, контроля стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности) в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Периодичность контроля процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

15.1 Алгоритм проведения контрольной процедуры при контроле повторяемости

Контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений рабочих проб, получаемых в соответствии с процедурой измерений.

Процедура контроля предусматривает сравнение расхождения между двумя результатами параллельных измерений массовой концентрации растворённого кислорода в рабочей пробе с пределом повторяемости.

Результаты измерений должны удовлетворять условию (4).

Если условие (4) не выполнено, при наличии достаточного объёма пробы выполняют повторное титрование растворов из обеих склянок или проводят измерения на другой пробе. При повторном превышении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

15.2 Алгоритм проведения контрольной процедуры при контроле внутрилабораторной прецизионности

Контрольные процедуры при контроле внутрилабораторной прецизионности получают с использованием рабочих проб.

При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений (первичного $X_{ср1}$ и повторного $X_{ср2}$) массовой концентрации растворенного кислорода в пробе воды в условиях внутрилабораторной прецизионности (разные исполнители, и (или) разное время, и (или) разные наборы средств измерений).

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении следующего условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{ср1} - X_{ср2}|}{X_{ср1} + X_{ср2}} \le R_л, \qquad (6)$$

где $R_л$ – относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности,%. ($R_л$ = 22 % для всего диапазона измерений).

Примечание – Значение предела внутрилабораторной прецизионности может быть установлено и приведено в протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории.

Если условие (6) выполняется, то внутрилабораторная прецизионность результатов измерений принимается удовлетворительной.

Если условие (6) не выполняется, то контрольные измерения повторяют.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Приложение А
(обязательное)

Приготовление раствора гипохлорита натрия

А.1 Приготовление раствора гипохлорита натрия из хлорной извести

35 г Na_2CO_3 растворяют в 85 $см^3$ дистиллированной воды. К 50 г хлорной извести добавляют 85 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно размешивают, добавляют весь раствор карбоната натрия и вновь перемешивают. При этом реакционная масса вначале загустевает, затем начинает разжижаться. Массу фильтруют через фильтр «синяя лента» на воронке Бюхнера. Полученный раствор гипохлорита натрия хранят в склянке из темного стекла в холодильнике.

В зависимости от содержания активного хлора в хлорной извести концентрация активного хлора в полученном растворе гипохлорита натрия будет составлять (5-7) %.

А.2 Приготовление раствора гипохлорита натрия из хлоритекса

Хлоритекс – препарат на основе дихлоризоциануровой кислоты, содержит (55–60) % активного хлора. Применяется для хлорирования воды в бассейнах, поставляется упаковками, содержащими таблетки массой 20 г или гранулы.

Для получения раствора гипохлорита натрия из хлоритекса одну таблетку или 20 г гранул растворяют в 170 $см^3$ дистиллированной воды.

В зависимости от содержания активного хлора в хлоритексе концентрация активного хлора в полученном растворе гипохлорита натрия будет составлять (6,5-7) %.

Раствор гипохлорита натрия хранят в холодильнике. Перед использованием в нем измеряют концентрацию активного хлора и в соответствии с измеренной концентрацией готовят смешанный раствор сульфата и гипохлорита натрия (п. 10.1.10).

А.3 Измерение концентрации активного хлора в растворе гипохлорита натрия

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 50 $см^3$ дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора гипохлорита натрия (п. А.1 или п. А.2), 1 г сухого KI, 10 $см^3$ раствора кислоты (п. 10.1.3), тщательно перемешивают и, выдерживают 5 мин в темном месте. Титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (п. 10.1.6) до светло-желтого цвета, а затем

после добавления 1 $см^3$ раствора крахмала (п. 10.1.4) – до полного обесцвечивания. Концентрацию активного хлора находят по формуле:

$$C_{ах} = 3,55 \cdot C_т \cdot V_т,$$

где $C_{ах}$ – концентрация активного хлора, %;
$C_т$ – концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/$дм^3$;
$V_т$ – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, $см^3$.

Приложение Б
(обязательное)

Измерение точной вместимости (калибровка) кислородных склянок

Склянку для фиксации кислорода тщательно моют, высушивают (снаружи и изнутри) и взвешивают вместе с пробкой с точностью до 0,01 г. Затем наполняют ее дистиллированной водой до краев и закрывают пробкой так, чтобы под пробкой не оставалось пузырьков воздуха. Обтирают склянку досуха и снова взвешивают с точностью до 0,01 г.

Разность в весе даст массу воды в склянке, которую для перевода в объем следует разделить при температуре воды 15°С на 0,998, при 20°С – на 0,997 и при 25°С – на 0,996.

Приложение В
(справочное)

Для определения степени насыщения воды кислородом из таблицы 2 находят равновесную концентрацию кислорода в воде $C_р$ при нормальном атмосферном давлении, исходя из температуры воды, зафиксированной в момент отбора пробы.

Равновесную концентрацию растворённого кислорода с поправкой на минерализацию воды $C_{рм}$ рассчитывают, вычитая из найденной из таблицы В.1 величины $C_р$ на каждые 1000 мг/дм^3 солей:

0,084 мг/дм^3 при температуре 0 °С; 0,062 мг/дм^3 при 10 °С; 0,048 мг/дм^3 при 20 °С; 0,041 мг/дм^3 при 30 °С.

Поправку для промежуточных значений температуры и минерализации находят методом интерполяции.

Степень насыщения анализируемой воды растворённым кислородом М, %, рассчитывают по формуле:

$$М = \frac{X_{ср} \cdot 100 \cdot 760}{C_{рм} \cdot Р},$$

где $X_{ср}$ – измеренная массовая концентрация растворённого кислорода в пробе, мг/дм^3;

$C_{рм}$ – равновесная массовая концентрация растворённого кислорода с учетом минерализации пробы, мг/дм^3;

760 – нормальное атмосферное давление, мм ртутного столба;

Р – фактическая величина атмосферного давления в момент отбора пробы;

100 – коэффициент пересчета единиц измерения из мг/дм^3 в %.

Пример расчета:

- измеренная массовая концентрация растворённого кислорода в пробе $X_{ср}$=6,5 мг/дм^3;
- температура воды 20 °С;
- атмосферное давление 745 мм рт. ст.;
- минерализация воды 3000 мг/дм^3.

Из таблицы В.1 находим равновесную концентрацию кислорода в дистиллированной воде при 20 °С: $C_р$=9,02 мг/дм^3.

Тогда $C_{рм}$ = 9,02 – 0,048 · 3 = 8,88 мг/дм^3.

Далее вычисляем М:

$$М = \frac{6,5 \cdot 100 \cdot 760}{8,88 \cdot 745} = 74,67\ \%$$

Таблица В.1 - Равновесная концентрация растворенного кислорода ($C_р$, мг/дм^3) в дистиллированной воде зависимости от температуры (атмосферное давление 760 мм рт. ст.)

Температура, °С	Доля °С				
	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8
0	14,65	14,57	14,49	14,41	14,33
1	14,25	14,17	14,09	14,02	13,94
2	13,86	13,79	13,71	13,64	13,56
3	13,49	13,42	13,35	13,28	13,20
4	13,13	13,06	13,00	12,93	12,86
5	12,79	12,72	12,66	12,59	12,53
6	12,48	12,40	12,33	12,27	12,21
7	12,14	12,08	12,02	11,96	11,90
8	11,84	11,78	11,72	11,67	11,61
9	11,55	11,49	11,44	11,38	11,33
10	11,27	11,22	11,16	11,11	11,06
11	11,00	10,95	10,90	10,85	10,80
12	10,75	10,70	10,65	10,60	10,55
13	10,50	10,45	10,40	10,36	10,31
14	10,26	10,22	10,17	10,12	10,08
15	10,03	9,99	9,95	9,90	9,86
16	9,82	9,77	9,73	9,69	9,65
17	9,61	9,56	9,52	9,48	9,44
18	9,40	9,36	9,32	9,29	9,25
19	9,21	9,17	9,13	9,10	9,06
20	9,02	8,98	8,95	8,91	8,88
21	8,84	8,81	8,77	8,74	8,70
22	8,67	8,63	8,60	8,56	8,53
23	8,50	8,46	8,43	8,40	8,37
24	8,33	8,30	8,27	8,24	8,21
25	8,18	8,14	8,11	8,08	8,06
26	8,02	7,99	7,96	7,93	7,90
27	7,87	7,84	7,81	7,78	7,75
28	7,72	7,69	7,66	7,64	7,61
29	7,58	7,55	7,52	7,49	7,47
30	7,44	7,41	7,38	7,35	7,32

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 88-16207-007-RA.RU.310657-2017

Методика измерений массовой концентрации растворённого кислорода в пробах природных и сточных вод йодометрическим методом,

разработанная ООО НПП «Акватест» (344022, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул Журавлева, д. 44)

предназначенная для измерения показателей состава природных и сточных вод

и регламентированная в ПНД Ф 14.1:2:3.101-97 (издание 2017 г.) «Методика измерений массовой концентрации растворённого кислорода в пробах природных и сточных вод йодометрическим методом», утвержденная в 2017 г., на 23 л.

Методика измерений аттестована в соответствии с ФЗ № 102 от 26 июня 2008 г. «Об обеспечении единства измерений».

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства 1 марта 2017 г.

Начальник АХУ УрО РАН Р.В. Зиновьев

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А.Игнатенкова

Россия, 620990, г. Екатеринбург, ул. Первомайская, 91
Тел./факс (343) 362-33-97

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-007-RA.RU.310657-2017
об аттестации методики (метода) измерений
массовой концентрации растворённого кислорода
в пробах природных и сточных вод
йодометрическим методом
на 1 листе
(обязательное)

Значение показателя точности измерений приведено в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений массовой концентрации растворённого кислорода, значения показателей точности, повторяемости, внутрилабораторной прецизионности

Диапазон измерений массовой концентрации растворённого кислорода, мг/дм^3	**Показатель точности** (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_л$, %	**Показатель повторяемости** (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	**Показатель внутрилабораторной прецизионности** (относительное среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности), $\sigma_{Rл}$, %
От 1,0 до 15,0 включ.	16	5	8

Руководитель Центра «СертиМет» ИЭУ УрО РАН Л.А. Игнатенкова

gost.e-ecolog.ru

СертиМет