МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.10.742–2010

ОБЪЕМНАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СЕРОВОДОРОДА В МОРСКОЙ ВОДЕ
Методика измерений йодометрическим методом

Москва
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н. Зубова» (ФГУ «ГОИН»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Е.Н. Ктиторова, Ю.С. Лукьянов, И.В. Анкинович, К.К. Иванова

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА Росгидромета 07.12.2010 г., ГУ «НПО «Тайфун» 09.11.2010 г.

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета

4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ № 18.20 – 2010 выдано 20.10.2010 г.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.10.742–2010 от 17.12.2010 г.

6 ВЗАМЕН РД 52.10.243–92 «Руководство по химическому анализу морских вод» в части раздела «Сероводород» (С. 59–74)

© ФГУ «ГОИН»

Содержание

1. Область применения 1
2. Нормативные ссылки 1
3. Требования к показателям точности измерений 2
4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы 2
5. Метод измерений 4
6. Требования безопасности, охраны окружающей среды 4
7. Требования к квалификации операторов 4
8. Условия выполнения измерений 5
9. Отбор и хранение проб 5
10. Подготовка к выполнению измерений 6
11. Выполнение измерений 10
12. Вычисление результатов измерений 10
13. Контроль качества результатов измерений 11
Библиография 13

Введение

Сероводород и сернистые соединения, сульфиды и другие восстановленные формы серы не являются типичными и постоянными компонентами морских вод. Источник сероводорода в море, как правило, имеет биохимическое происхождение. В анаэробных условиях обитающие в большом количестве в глубинах моря особые серобактерии разлагают останки животных и растений на ряд простых химических соединений, которые вступают во взаимодействие с солями морской воды. При этом происходит восстановление сульфатов морской воды и в результате этой реакции образуется свободный сероводород. Сероводород присутствует в морской воде в виде растворенной, слабодиссоциированной сероводородной кислоты H_2S, а также в виде гидросульфидного HS^- и сульфидного S^{2-} ионов.

Обычно в водах сероводород не содержится или же присутствует в незначительных количествах в придонных слоях, главным образом в зимний период, когда затруднена аэрация и ветровое перемешивание водных масс.

При определенных условиях области с достаточно высоким содержанием сероводорода могут временами образовываться даже на небольших глубинах.

Классическим примером морского бассейна с высоким содержанием сероводорода является Черное море, где лишь верхний сравнительно тонкий поверхностный слой свободен от сероводорода.

Сероводород есть не только в Черном море. Значительные его количества обнаружены в Средиземном море, в Индийском океане, в некоторых районах Азовского моря, в глубоководных частях Каспийского и Балтийского морей, а также в других районах, где затруднен вертикальный водообмен.

Поскольку даже временное накопление сероводорода и сернистых соединений в море имеет существенное значение как показатель загрязнения вод и возможности возникновения заморов морской фауны, наблюдения за его появлением совершенно необходимы при изучении гидрохимического режима моря.

Используемый в настоящее время в практике морских исследований метод определения растворенного сероводорода позволяет определить суммарное содержание сернистых соединений, выражаемое в эквиваленте сероводорода [1].

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ОБЪЕМНАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СЕРОВОДОРОДА В МОРСКОЙ ВОДЕ

Методика измерений йодометрическим методом

Дата введения – 2011–07–01

1. Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методику) объемной концентрации сероводорода в пробах морских вод йодометрическим методом в диапазоне от 2,0 до 15,0 $см^3/дм^3$.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих наблюдения за состоянием и загрязнением морских вод.

2. Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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 17.1.3.08–82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод

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 Р 51592–2000 Вода. Общие требования к отбору проб

РМГ 76–2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечание – Ссылки на остальные стандарты и технические документы приведены в разделе 4.

3. Требования к показателям точности измерений

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

Т а б л и ц а 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измерения объемной концентрации сероводорода, V_x, $см^3/дм^3$	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, $см^3/дм^3$	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, $см^3/дм^3$	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, $см^3/дм^3$
От 2,0 до 15,0 включ.	$0,01V_x$	$0,03V_x + 0,1$	$0,06V_x + 0,2$

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

– весы лабораторные по ГОСТ 53228–2008, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и пределом допускаемой погрешности ±10 мг;

– весы лабораторные по ГОСТ 53228–2008, среднего класса точности, с пределом взвешивания 200 г;

– бюретка по ГОСТ 29251–91, 2-го класса точности, вместимостью 25 $см^3$ – 1 шт., 10 $см^3$ – 1 шт.;

– дозатор лабораторный по ГОСТ 28311–89, переменного объема, с наконечниками 1–5 $см^3$ или пипетки градуированные по ГОСТ 29227–91, 2-го класса точности, вместимостью 1 $см^3$ – 1 шт., 2 $см^3$ – 1шт., 5 $см^3$ – 1шт.;

– пипетка с одной отметкой по ГОСТ 29169–91, не ниже 2-го класса точности, вместимостью 10 $см^3$ – 2 шт.;

– колбы мерные по ГОСТ 1770–74, не ниже 2-го класса точности, вместимостью 250 $см^3$ – 10–15 шт., 500 $см^3$ – 4 шт., 1000 $см^3$ – 2 шт.;

– колбы конические по ГОСТ 25336–82, вместимостью 250 $см^3$ – 3 шт.;

– колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336–82, вместимостью 250–500 $см^3$;

– цилиндры мерные по ГОСТ 1770–74, вместимостью 50 $см^3$ – 2 шт., 100 $см^3$ – 2 шт;

– стаканы по ГОСТ 25336–82, вместимостью 100 $см^3$ – 3 шт., 600 $см^3$ – 1 шт.;

– стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336–82, типа СВ–19/9;

– воронка лабораторная по ГОСТ 25336–82, диаметром 7–10 см;

– воронка Бюхнера № 1 или № 2 по ГОСТ 9147–80;

– трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336–82, типа ТХ–П;

– эксикатор по ГОСТ 25336–82, исполнения 2, с диаметром корпуса 190 мм;

– палочка стеклянная;

– трубка резиновая длиной 20–25 см, со стеклянным наконечником длиной 10 см;

– аквадистиллятор ДЭ–4–2 по ТУ–16–10721–79;

– шкаф сушильный общелабораторного назначения;

– электроплитка по ГОСТ 14919–83, с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

– калий йодистый по ГОСТ 4232–74, х.ч.;

– калий двухромовокислый, стандарт-титр по ТУ 6–09–2540–72 с молярной концентрацией количества вещества эквивалента 0,1 моль/$дм^3$ или калий двухромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220–75, х.ч.;

– йод кристаллический по ГОСТ 4159–79, ч.;

– кислота соляная по ГОСТ 3118–77, х. ч.;

– кислота серная по ГОСТ 4204–77, х.ч.;

– натрий углекислый кислый (натрия бикарбонат) по ГОСТ 4201–79, ч.д.а.;

– крахмал растворимый по ГОСТ 10163–76,ч.д.а.;

– натрий серноватистокислый, стандарт-титр по ТУ 2642–001–07500602–97, с молярной концентрацией 0,1 моль/ $дм^3$ или натрий серноватистокислый 5-водный (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068–86, ч.д.а.;

– хлороформ по ГОСТ 20015–88, очищенный;

– спирт этиловый по ГОСТ 18300–87;

– вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;

– бумага индикаторная свинцовая по ТУ 6–09–5593–98 или свинец (II) уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 1027–67, ч.д.а. и уксусная кислота по ГОСТ 61–75 , х.ч. ледяная;

– фильтры обеззоленные по ТУ 6–09–1678–86, «белая лента» и «синяя лента».

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

5. Метод измерений

Метод основан на окислении сероводорода и его ассоциатов в кислой среде йодом, взятым в избыточном количестве. Количество йода, израсходованного на окисление сероводорода, определяют по разности путем обратного титрования оставшегося йода раствором тиосульфата [2].

6. Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений сероводорода в пробах морских вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и в правилах [3].

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

6.3 Массовая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 При работе с кислотой и гидроокисями руки должны быть защищены резиновыми перчатками, глаза – защитными очками.

6.5 Отработанные растворы кислот и гидроокисей сливают в канализацию после нейтрализации.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием, освоившие методику, со стажем работы в лаборатории не менее 6 мес.

8. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц.

9. Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ 17.1.3.08 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592.

Перед отбором пробы и дальнейшей ее обработкой необходимо убедиться в наличии сероводорода в исследуемой пробе путем качественной реакции на сероводород.

Качественная реакция на сероводород производится сразу после подъема батометра. Для этого в колбу, заполненную на 3/4 исследуемой водой, между пробкой и горловиной зажимают полоску свинцовой, индикаторной бумаги, смоченной дистиллированной водой. Потемнение бумаги указывает на присутствие свободного сероводорода.

Примечание – При отсутствии свинцовой индикаторной бумаги полоску фильтровальной бумаги «белая лента» смачивают 3 % раствором уксуснокислого свинца и используют для качественной реакции на сероводород.

При фиксации наличия сероводорода, как можно быстрее приступают к отбору пробы.

Пробы для определения сероводорода отбирают после взятия проб для определения содержания кислорода. Отбирают не менее двух рабочих проб и одну контрольную пробу. Для отбора пробы резиновую трубку длиной 20–25 см со стеклянным наконечником длиной 10 см надевают на кран батометра и промывают морской водой. При переливе из другого пробоотборника пользуются сифоном (резиновой трубкой с двумя стеклянными наконечниками), погруженным примерно до половины высоты водного столба пробоотборника.

Для отбора пробы в предварительно подготовленную в соответствии с 10.4 мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ опускают стеклянный наконечник до дна колбы. По мере заполнения колбы водой трубку постепенно поднимают. Колбу заполняют до метки. После заполнения, колбу закрывают пробкой. Жидкость в колбе должна сохранить желтый цвет йода; полное обесцвечивание жидкости по заполнении колбы

указывает на недостаточное количество йода, взятого для определения. В этом случае проба должна быть взята повторно с большим количеством раствора йода в пробе.

Примечание – Для проб вод Черного моря отобранных с глубин более 1000 м прибавляют 15 или 20 см^3 раствора йода в йодистом калии. В этом случае при определении соотношения «*m*» по 10.3 используют соответственно 15 или 20 см^3 йодистого калия.

Отбирают не менее двух рабочих проб.

Примечание – При планировании проведения внутрилабораторного контроля, необходимо отобрать дополнительно не менее двух контрольных проб.

Определение сероводорода проводят в течение часа после взятия пробы.

10. Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор йодистого калия

Йодистый калий предварительно необходимо очистить от свободного йода, для чего его промывают охлажденным этиловым спиртом на воронке Бюхнера при перемешивании стеклянной палочкой до появления почти бесцветной порции промывного спирта. Промытую соль сушат в темноте между листами фильтровальной бумаги в течение суток и хранят в хорошо закрытых банках из темного стекла. Затем готовят раствор соли путем растворения 40 г йодистого калия в 50 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 100 см^3.

10.1.2 Раствор йода в йодистом калии с молярной концентрацией 0,02 моль/дм^3

В раствор йодистого калия, полученный по 10.1.1, добавляют 2,54 г кристаллического йода. После растворения кристаллов йода, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимость 1000 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор йода хранят в склянке оранжевого стекла или оклеенной черной фотографической бумагой, с хорошо притертой пробкой. Применение склянок с резиновыми пробками для хранения раствора йода не допускается.

10.1.3 Раствор уксуснокислого свинца 3 %-ный

Для приготовления раствора в 97 $см^3$ дистиллированной воды добавляют 2–3 капли уксусной кислоты и 3 г уксуснокислого свинца.

10.1.4 Раствор крахмала, 0,5 %-ный

Для приготовления раствора крахмала 0,5 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 2–3 капель хлороформа. Раствор хранят в холодильнике и используют до помутнения.

10.1.5 Раствор калия двухромовокислого с молярной концентрацией 0,02 моль/$дм^3$ количества вещества эквивалента

При использовании стандарт-титра калия двухромовокислого его растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$, затем пипеткой с одной меткой отбирают 50 $см^3$ полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Для приготовления раствора из навески 0,4904 г калия двухромовокислого ($K_2Cr_2O_7$), предварительно высушенного в сушильном шкафу при 105 С в течение 1–2 ч, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки на колбе. Хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте не более 6 мес.

10.1.6 Раствор соляной кислоты 1:1

Готовят смешением одного объема концентрированной соляной кислоты с равным объемом дистиллированной воды.

10.1.7 Навески бикарбоната натрия

Навески готовят заблаговременно взвешиванием 0,2 г соли на технических весах. Навески бикарбоната натрия хранят в конвертиках из кальки.

10.1.8 Раствор натрия серноватистокислого (натрия тиосульфата) с молярной концентрацией 0,02 моль/дм^3 количества вещества эквивалента

При использовании стандарт-титра натрия серноватистокислого его растворяют в дистиллированной воде свободной от CO_2 в мерной колбе вместимостью 500 см^3, затем отбирают 50 см^3 полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Для приготовления раствора из навески 5,0 г натрия серноватистокислого ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде свободной от CO_2 и доводят объем раствора до метки на колбе.

В качестве консерванта к полученному раствору добавляют 3 см^3 хлороформа. Перед определением поправочного коэффициента раствор выдерживают не менее 5 суток. Хранят в склянке из темного стекла, с плотно притертой пробкой. Поправочный коэффициент к концентрации раствора тиосульфата натрия определяют при приготовлении нового реактива и перед серией определений в соответствии с 10.2.

Примечание – Свободную от CO_2 воду готовят кипячением 1,5 дм^3 дистиллированной воды в колбе вместимостью 2 дм^3 в течение часа. Перед использованием вода должна остыть в этой же колбе снабженной хлоркальциевой трубкой заполненной гидроокисью калия или натрия. Используют в день приготовления.

10.1.9 Раствор серной кислоты 1:4

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

10.2 Определение поправочного коэффициента к концентрации раствора натрия серноватистокислого (тиосульфата натрия)

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 80–90 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 раствора калия двухромовокислого концентрацией 0,02 моль/дм^3, добавляют 1 г сухого йодистого калия (KI) и 10 см^3 раствора серной кислоты. Раствор перемешивают, выдерживают 5 мин в темном месте и титруют раствором тиосульфата натрия до появления слабо-жёлтой окраски. Затем добавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. Повторяют титрование и, если расхождение между объемами титранта не более 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.

Поправочный коэффициент *K* к концентрации тиосульфата натрия определяют по формуле

$$K = V_k / V_t, \qquad (1)$$

где V_k –объем раствора калия двухромовокислого, см^3;

V_t – объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см^3

10.3 Определение соотношения *«m»* между растворами йода и натрия серноватистокислого (тиосульфата натрия)

Колбу для определения подготавливают в соответствии с 10.4. После заполнения колбы углекислотой пипеткой с одной меткой отмеривают в колбу 10 см^3 раствора йода в йодистом калии и сразу же, из промывалки носик которой опущен до дна колбы, заполняют дистиллированной водой до метки. Колбу закрывают и перемешивают раствор перевертыванием колбы.

Содержимое переливают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и титруют раствором тиосульфата натрия до появления слабо-желтой окраски. Затем добавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. Частью титруемого раствора ополаскивают мерную колбу и снова сливают в титровальную колбу. Вновь посиневший раствор дотитровывают по капле. За результат принимают отсчет по шкале бюретки. Всё определение повторяют дважды. Соотношение «*m*» между раствором йода и тиосульфата натрия определяют как среднее арифметическое из двух результатов, если расхождение между ними не превышает 0,05 см^3.

10.4Подготовка колб для отбора проб воды

В чистую, сполоснутую дистиллированной водой мерную колбу вместимостью 250 см^3 добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), затем всыпают 0,2 г бикарбоната натрия. При растворении навески колба наполняется углекислотой, выделившейся при разложении бикарбоната натрия соляной кислотой. После заполнения колб углекислотой пипеткой с одной меткой отмеривают в каждую колбу 10 см^3 раствора йода в йодистом калии. Колбы закрывают пробками до наполнения их морской водой. Хранят в защищенном от нагревания и солнечного света месте не более двух часов.

11. Выполнение измерений

Содержимое колбы с пробой перемешивают, переливают в коническую колбу и титруют раствором тиосульфата натрия до появления слабо-желтой окраски. Затем добавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Во избежание визуальных ошибок крахмал следует добавлять при отчетливом желтом цвете титруемой жидкости. В противном случае проба может быть легко перетитрована.

Повторяют определение со второй рабочей пробой.

12. Вычисление результатов измерений

12.1 Содержание сероводорода V_x, см^3/дм^3, вычисляют по формуле

$$V_x = \frac{17 \cdot (m-n) \cdot 0{,}02 \cdot K \cdot 1000}{(V-a) \cdot 1{,}5393}, \qquad (2)$$

где 17 – эквивалентная масса сероводорода;

m – соотношение, найденное по 10.3, см^3;

n – объем раствора тиосульфата натрия, затраченный на титрование пробы, см^3;

0,02 – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм^3;

K – поправочный коэффициент к концентрации тиосульфата натрия, найденный в соответствии с 10.2;

V – объем колбы, см^3;

a – объем, добавленных в колбу реактивов (раствора йода, соляной кислоты), см^3;

1,5393 – масса 1 см^3 сероводорода при 0 °С и давлении 1 атм. (состояние идеального газа).

12.2 За результат $\overline{V}_x$ принимают среднее арифметическое из двух параллельных измерений объемной концентрации сероводорода, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости r, который вычисляют по формуле

$$r = 2{,}77\,\sigma_r, \qquad (3)$$

где σ_r – показатель повторяемости по таблице 1, см^3/дм^3.

Если расхождение превышает предел повторяемости, выполняют титрование контрольной пробы. При повторном расхождении результаты анализа бракуются, а в лаборатории проводится выяснение причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

12.3Результаты измерений объемной концентрации сероводорода в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде

$$\overline{V_x} \pm \Delta,\ см^3/дм^3 \quad (P = 0{,}95)\ , \qquad (4)$$

где Δ – характеристика погрешности измерения для данной объемной концентрации сероводорода (по таблице 1), $см^3/дм^3$.

П р и м е ч а н и е – В случае, если результат измерений объемной концентрации сероводорода ниже границы диапазона измерений, в результате измерений указывают «менее 2,0 $см^3/дм^3$».

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

13. Контроль качества результатов измерений

13.1Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений предусматривает:

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

контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости).

Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерения объемной концентрации сероводорода, V_x, см^3/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, см^3/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности P=0,95) R, см^3/дм^3
От 2,0 до 15,0 включ.	$0,03V_x$	$0,08V_x + 0,3$

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 (или другом документе системы качества, регламентирующем процедуры внутрилабораторного контроля) с учетом требований РМГ 76 и отраслевых документов.

13.2Контроль повторяемости

Контроль повторяемости проводят используя рабочие и контрольные пробы.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$r_к = |Vx_1 - Vx_2| \le r, \qquad (5)$$

где V_{x1}, V_{x2} – результаты измерений объёмной концентрации сероводорода в рабочей и контрольной пробах, см^3/дм^3;

r – предел повторяемости в соответствии с таблицей 2, см^3/дм^3.

При невыполнении условия (5) процедуру измерения повторяют, используя вторую контрольную пробу. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их в соответствии с РМГ 76.

Библиография

[1] Методы гидрохимических исследований океана. – М.: Наука, 1978

[2] Chemical methods for use in marine environmental monitoring/IOC, Manuals and guides, № 12. – UNESCO, 1983

[3] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. – Л.: Гидрометеоиздат, 1983

Ключевые слова: вода морская, объемная концентрация, сероводород, методика измерений, йодометрический метод.

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

gost.e-ecolog.ru