МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу
окружающей среды (Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД
52.24.402-
2011

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХЛОРИДОВ В ВОДАХ
Методика измерений меркуриметрическим методом

Ростов-на-Дону
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук

3 СОГЛАСОВАН с ФГБУ «НПО «Тайфун» 16.09.2011
и УМЗА Росгидромета 27.10.2011

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 28.10.2011

5 АТТЕСТОВАН ФГБУ «ГХИ», свидетельство об аттестации методики измерений № 402.01.00175-2009 от 18.08.2009

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ФГБУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.24.402-2011 от 08.11.2011

7 ВЗАМЕН РД 52.24.402-2005 Массовая концентрация хлоридов в водах. Методика выполнения измерений меркуриметрическим методом

© Росгидромет, ФГБУ «ГХИ», 2011

Содержание

1 Область применения ... 1
2 Требования к показателям точности измерений ... 1
3 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам ... 2
3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства ... 2
3.2 Реактивы и материалы ... 4
4 Метод измерений ... 4
5 Требования безопасности, охраны окружающей среды ... 5
6 Требования к квалификации операторов ... 5
7 Требования к условиям измерений ... 5
8 Отбор и хранение проб ... 6
9 Подготовка к выполнению измерений ... 6
9.1 Приготовление растворов и реактивов ... 6
9.2 Подготовка посуды ... 9
9.3 Определение точной концентрации раствора нитрата ртути ... 9
10 Порядок выполнения измерений ... 9
10.1 Предварительная оценка массовой концентрации хлоридов в пробе ... 9
10.2 Выполнение измерений при отсутствии мешающих влияний ... 10
10.3 Устранение мешающих влияний ... 11
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 процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок ... 13
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости ... 14
Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов хлорид-ионов АР1-Cl^- и АР2-Cl^- ... 15
Приложение Б (обязательное) Подготовка активного угля ... 20
Приложение В (рекомендуемое) Предварительная оценка концентрации хлоридов в неизвестной пробе воды ... 21

Введение

Хлориды относятся к главным ионам природных вод и присутствуют в водах любых типов. Содержание 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 перенасыщенных растворов и рассолов.

Основными источниками поступления хлоридов в водные объекты являются соленосные отложения, магматические породы, в состав которых входят хлорсодержащие минералы (хлорапатит, содамит 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 их в воде, слабо выраженной способностью к сорбции взвесями и донными отложениями и 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.

Предельно допустимая концентрация хлоридов для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 350 мг/дм^3, рыбохозяйственного назначения - 300 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХЛОРИДОВ В ВОДАХ
Методика измерений меркуриметрическим методом

Дата введения 2011-12-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации хлоридов пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне от 1,0 до 50,0 мг/дм^3 меркуриметрическим методом.

1.2 Допускается выполнение измерений в пробах воды с массовой концентрацией хлоридов, превышающей 50 мг/дм^3 при использовании уменьшенной аликвоты пробы.

1.3 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ проб поверхностных вод суши и очищенных сточных 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 17.1.5.04-81 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 ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

Примечание - Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3 и А.4 (Приложение А).

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, значения характеристик погрешности и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений 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 погрешности $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 1,0 до 50,0 включ.	0,02+0,010·X	0,09+0,031·X	0,03+0,017·X	0,17+0,064·X

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией хлоридов свыше 50 мг/дм^3 при уменьшении объема анализируемой пробы погрешность измерения не превышает величины, рассчитанной по зависимости, приведенной в таблице 1.

Предел обнаружения хлоридов меркуриметрическим методом 0,2 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 лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 .

4.1.2 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.3 Государственный стандартный образец состава водных растворов хлорид-ионов ГСО 7478-98 (далее – ГСО).

4.1.4 Колбы мерные 2–го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 100 $см^3$ - 1 шт.; 200 $см^3$ - 1 шт.; 500 $см^3$ - 1 шт.; 1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.5 Бюретки 2-го класса точности исполнения 3 по ГОСТ 29251-91 вместимостью 5 $см^3$ - 2 шт.

4.1.6 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 $см^3$ - 4 шт.; 2 $см^3$ - 2 шт.; 5 $см^3$ - 1 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.; 20 $см^3$ - 1 шт.; 25 $см^3$ - 1 шт.; 50 $см^3$ - 2 шт.; 100 $см^3$ - 2 шт.

4.1.8 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 исполнения 1, 3 вместимостью: 50 $см^3$ - 1 шт.; 100 $см^3$ - 2 шт.; 250 $см^3$ - 1 шт.; 500 $см^3$ - 1 шт.

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

4.1.10 Колбы конические типа Кн исполнения 2, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 250 $см^3$ - 3 шт.; 500 $см^3$ - 3 шт.

4.1.11 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 250 $см^3$ - 3 шт.; 1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.12 Воронки лабораторные тип В по ГОСТ 25336-82 диаметром: 56 мм - 1 шт.; 75 мм - 3 шт.

4.1.13 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9 и 24/10 по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.14 Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 9147-80 вместимостью: 100 $см^3$ - 6 шт.; 150 $см^3$ - 6 шт.; 250 $см^3$ - 6 шт.

4.1.15 Капельницы исполнения 1, 2 по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.16 Стекло часовое диаметром 5-7 см - 1 шт.

4.1.17 Колонка стеклянная с краном и пористой пластиной высотой 25-30 см, диаметром 1,5-2,0 см – 1 шт.

4.1.18 Эксикатор исполнения 2, с диаметром корпуса 190-250 мм по ГОСТ 25336-82 - 1 шт.

4.1.19 Палочки стеклянные по ГОСТ 27460-87 - 6 шт.

4.1.20 Шпатель.

4.1.21 Склянки светлого и темного стекла для хранения проб и растворов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5; 1 $дм^3$.

4.1.22 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 0,25; 0,5 $дм^3$.

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

4.1.24 Бани водяные.

4.1.25 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.26 Холодильник бытовой.

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.

4.2.2 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная (нитрат ртути (II)) по ГОСТ 4520-78, ч.д.а.

4.2.3 Серебро азотнокислое (нитрат серебра) по ГОСТ 1277-75, ч.д.а.

4.2.4 Дифенилкарбазон по ТУ 6-09-5215-85, ч.д.а.

4.2.5 Бромфеноловый синий, индикатор по ТУ 6-09-4530-77, ч.д.а.

4.2.6 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461-77, х.ч.

4.2.7 Азотная кислота, стандарт-титр 0,1 моль/дм^3 по ТУ 6-09-2540-72.

4.2.8 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.

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

4.2.10 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87.

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

4.2.12 Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329-77, ч.д.а., и аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.,

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

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

4.2.15 Универсальная индикаторная бумага (pH 1-10) по ТУ 6-09-1181-76.

4.2.16 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2 17 Вода бидистиллированная - вода дистиллированная повторно перегнанная в стеклянной установке.

4.2.18 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.19 Фильтры бумажные обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678-86.

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

5 Метод измерений

Измерение массовой концентрации хлоридов меркуриметрическим методом основано на образовании малодиссоциированного хлорида ртути (II) при прибавлении раствора нитрата ртути (II) к анализируемой воде. Избыток ионов ртути после связывания хлоридов вступает в реак-

цию с дифенилкарбазоном, в результате чего образуется окрашенное в фиолетовый цвет соединение. Для количественного протекания реакции необходимо поддерживать значение pH пробы в пределах от 3 до 3,5, что достигается применением индикатора бромфенолового синего.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При измерении массовой концентрации хлоридов в пробах поверхностных вод суши (ПВС) и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся к 1, 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

6.4 Сливы растворов, содержащих соли ртути, запрещается выливать в канализацию. Их собирают в специальную тару и утилизируют в соответствии с действующими правилами.

6.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием, освоившие методику.

8 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С ;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 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 17.1.5.05-85 и ГОСТ Р 51592-2000. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04-81 и ГОСТ Р 51592-2000. Пробы помещают в стеклянную или полиэтиленовую посуду.

Пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование промытых дистиллированной водой бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить.

Хлориды являются одним из наиболее устойчивых компонентов, поэтому их определение можно проводить после выполнения анализа менее устойчивых соединений. Пробы не консервируют, хранят при комнатной температуре.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор нитрата ртути (II) с молярной концентрацией количества вещества эквивалента (КВЭ) 0,0050 моль/дм^3

Помещают 0,86 г нитрата ртути (II) в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в 100 см^3 бидистиллированной воды, содержащей 2,0 см^3 концентрированной азотной кислоты, доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят раствор в плотно закрытой склянке из тёмного стекла.

Точную концентрацию раствора определяют титрованием аттестованного раствора хлорида натрия согласно 10.3 не реже 1 раза в мес.

10.1.2 Аттестованный раствор с массовой концентрацией хлорид-ионов 0,500 мг/см^3 (0,01410 моль/дм^3)

Аттестованный раствор готовят из ГСО с массовой концентрацией хлорид-ионов 10,0 мг/см^3.

Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят 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 бидистиллированной водой и перемешивают.

Если концентрация хлорид-ионов в ГСО не равна точно 10,0 мг/см^3, рассчитывают массовую и молярную концентрацию хлоридов в аттестованном растворе соответственно концентрации конкретного экземпляра

ГСО. При хранении в плотно закрытой посуде раствор устойчив не менее 3 мес.

При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор хлорид-ионов АР2-Cl^-, приготовленный из хлорида натрия. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.1.3 Раствор смешанного индикатора

Растворяют 0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего в 100 $см^3$ этилового спирта. Нерастворившийся осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента». Раствор хранят в темной склянке в холодильнике в течение месяца.

10.1.4 Раствор азотной кислоты, 0,5 моль/$дм^3$

При приготовлении раствора из стандарт-титра содержимое ампулы растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$, доводят объем до метки и перемешивают.

При отсутствии стандарт-титра 6,7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$, доводят объем до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке.

10.1.5 Раствор азотной кислоты, 0,05 моль/$дм^3$

Разбавляют 50 $см^3$ раствора азотной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/$дм^3$ в мерной колбе до 500 $см^3$ бидистиллированной водой. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке.

10.1.6 Раствор азотной кислоты 1:2

Смешивают 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты со 100 $см^3$ дистиллированной воды.

10.1.7 Раствор соляной кислоты, 4 моль/$дм^3$

Растворяют 170 $см^3$ концентрированной соляной кислоты в 330 $см^3$ дистиллированной воды.

10.1.8 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/$дм^3$

Растворяют 20 г гидроксида натрия в 500 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде.

10.1.9 Раствор гидроксида натрия, 0,4 %-ный

Растворяют 2 г гидроксида натрия в 500 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде. Раствор устойчив.

10.1.10 Раствор нитрата серебра, 10 %-ный

Растворяют 10 г нитрата серебра в 90 $см^3$ дистиллированной воды и прибавляют 1-2 капли концентрированной азотной кислоты. При появлении мути раствор отстаивают не менее суток, затем декантируют прозрачную жидкость. Хранят в плотно закрытой склянке из тёмного стекла. Раствор устойчив.

10.1.11 Суспензия гидроксида алюминия

Растворяют 63 г алюмокалиевых квасцов ($KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_20$) в 500 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 1000 $см^3$, нагревают раствор до 60 °С и при постоянном перемешивании медленно прибавляют 28 $см^3$ концентрированного раствора аммиака. Дают смеси отстояться в течение 1 ч, а затем промывают несколько раз дистиллированной водой, декантируя жидкость над осадком. Последняя промывная вода не должна давать положительной реакции на хлориды (проба с 10 %-ным раствором нитрата серебра).

10.1.12 Активный уголь

Подготовка к работе и регенерация активного угля описаны в приложении Б.

Перед использованием очищенный уголь промывают бидистиллированной водой; промывная вода не должна давать положительной реакции на хлориды (проба с 10 %-ным раствором нитрата серебра).

10.1.13 Проверка чистоты бидистиллированной воды

Помещают 100 $см^3$ бидистиллированной воды в чистую фарфоровую чашку вместимостью 250 $см^3$, добавляют несколько капель раствора гидроксида натрия, 1 моль/$дм^3$, (до pH около 8 по универсальной индикаторной бумаге), упаривают на водяной бане и определяют содержание хлоридов в соответствии с разделом 11.

Если переход желтой окраски к фиолетовой происходит при прибавлении 1-2 капель раствора нитрата ртути, бидистиллированная вода и реактивы являются чистыми и могут использоваться для выполнения измерений. В противном случае следует провести дополнительную очистку воды. Допустимо вместо бидистиллированной воды использовать

дистиллированную воду, если при выполнении аналогичной проверки будут получены такие же результаты.

10.2 Подготовка посуды

Посуду, используемую для приготовления растворов и измерений массовой концентрации хлоридов в пробах воды, промывают раствором азотной кислоты 1:2, затем отмывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной и бидистиллированной водой. Раствор кислоты используют многократно.

10.3 Определение точной концентрации раствора нитрата ртути (II)

Для определения точной концентрации раствора нитрата ртути (II) в фарфоровую чашку вместимостью 100 $см^3$ вносят 1,00 $см^3$ аттестованного раствора хлорид-ионов с массовой концентрацией 0,500 $мг/см^3$ (0,01410 $моль/дм^3$), добавляют 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты с концентрацией 0,05 $моль/дм^3$, 2 $см^3$ этилового спирта и 4-5 капель смешанного индикатора. Титруют пробу раствором нитрата ртути из бюретки, тщательно перемешивая раствор стеклянной палочкой или покачивая чашку круговыми движениями, до перехода окраски из жёлтой в фиолетовую. Титрование повторяют и при отсутствии расхождения в объёмах раствора нитрата ртути более 0,02 $см^3$ за результат принимают среднюю величину. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,02 $см^3$.

Молярную концентрацию нитрата ртути (II) C_{Hg}, $моль/дм^3$ КВЭ, в растворе находят по формуле

$$C_{Hg} = \frac{C_{Cl} \cdot V_{Cl}}{V_{Hg}}, \qquad (1)$$

где C_{Cl} - молярная концентрация аттестованного раствора хлорид- ионов, $моль/дм^3$, КВЭ;

V_{Cl} - объём аттестованного раствора хлорид-ионов, $см^3$;

V_{Hg} - объём раствора нитрата ртути, пошедший на титрование аттестованного раствора хлорид-ионов, $см^3$.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 Предварительная оценка массовой концентрации хлоридов в пробе

Перед выполнением измерений массовой концентрации хлоридов в пробе воды неизвестного состава следует провести предварительную

оценку их содержания в пробе воды неизвестного состава в соответствии с приложением В. На основании проведенной оценки выбирают объем аликвоты анализируемой пробы для анализа.

11.2 Выполнение измерений при отсутствии мешающих влияний

11.2.1 Объем анализируемой аликвоты пробы (от 10 до 150 $см^3$) выбирают таким образом, чтобы в ней содержалось от 0,1 мг до 0,6 мг хлоридов. Рекомендуемые объемы проб воды для выполнения измерений массовой концентрации хлоридов приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Рекомендуемые объемы проб воды в зависимости от массовой концентрации хлоридов

Диапазон измерений массовых концентраций хлоридов, $мг/дм^3$	От 1 до 6	От 5 до 12	От 10 до 24	От 20 до 50
Рекомендуемый объем пробы, $см^3$	Не менее 100	50	25	10

Пробу отмеривают пипеткой (объем 150 $см^3$ отмеривают пипетками вместимостью 50 и 100 $см^3$) и помещают в выпарительную фарфоровую чашку соответствующей вместимости. При анализе маломинерализованных проб с величиной pH ниже 7, добавляют несколько капель раствора гидроксида натрия, 1 $моль/дм^3$, до значения pH 7-8 по универсальной индикаторной бумаге (избытка гидроксида натрия следует избегать!). Выпаривают пробу досуха на водяной бане, периодически помешивая круговыми движениями Снимают чашку с бани, добавляют 1 $см^3$ раствора азотной кислоты 0,05 $моль/дм^3$ и растворяют осадок при перемешивании стеклянной палочкой или осторожно и медленно покачивая чашку так, чтобы раствор кислоты смочил стенки чашки примерно на 1/3 высоты. После охлаждения добавляют в чашку 2 $см^3$ этилового спирта и 4-5 капель смешанного индикатора.

11.2.2 Если после добавления индикатора раствор приобретает голубую (светло-синюю) окраску (pH>4,4), добавляют по каплям тот же раствор азотной кислоты до перехода окраски в желтую. Если после добавления индикатора раствор приобретает темно-синюю или сине-фиолетовую окраску, строго по каплям добавляют раствор азотной кислоты с концентрацией 0,5 $моль/дм^3$ при перемешивании после добавления каждой капли до тех пор, пока цвет раствора не станет светло-синим или голубым, после чего добавляют раствор азотной кислоты 0,05 $моль/дм^3$ до перехода окраски в желтую. Прибавление растворов азотной кислоты следует вести медленно, тщательно перемешивая пробу. По мере растворения отложившихся на стенках чашки карбона-

тов, раствор вновь будет приобретать голубую окраску или на стенках будет появляться голубой ореол. В этом случае следует по каплям добавлять еще раствор азотной кислоты, тщательно обмывая стенки чашки палочкой или осторожно покачивая чашку круговыми движениями до прекращения появления голубой окраски.

Если случайно добавлена лишняя капля раствора азотной кислоты с концентрацией 0,5 моль/дм^3, так что голубая окраска при перемешивании не возвращается (pH<3,6), добавляют по каплям раствор гидроксида натрия (0,4 %-ный) до перехода окраски из жёлтой в голубую, а затем по каплям раствор азотной кислоты 0,05 моль/дм^3 до возвращения жёлтой окраски.

После этого добавляют еще 0,5 см^3 раствора азотной кислоты 0,05 моль/дм^3 и проводят титрование пробы раствором нитрата ртути (II) из бюретки, тщательно перемешивая раствор стеклянной палочкой или осторожно покачивая чашку круговыми движениями так, чтобы омывать стенки чашки, до перехода окраски из жёлтой в фиолетовую (грязно-фиолетовую). После первого появления фиолетового оттенка титрование следует вести медленно, по каплям, омывая стенки чашки после каждой капли, до тех пор, пока фиолетовая окраска перестанет исчезать.

11.3 Устранение мешающих влияний

11.3.1 Если анализируемая проба имеет высокую цветность, мешающую выполнению титрования, окраску воды можно устранить одним из следующих способов:

а) анализируемую воду медленно пропускают через колонку с активным углем, при этом первые 50 см^3 воды, прошедшие через колонку, следует отбросить;

б) 200-250 см^3 анализируемой воды помешают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 6-8 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.

11.3.2 Выполнению измерений массовой концентрации хлоридов мешают сульфиды, сульфиты, цианиды, тиоцианаты, в концентрациях выше 2 мг/дм^3, маловероятных для ПВС и очищенных сточных вод. При необходимости влияние сульфидов, сульфитов, цианидов устраняют, прибавляя к отмеренной для анализа слабощелочной пробе перед упариванием 1 см^3 пероксида водорода.

11.3.3 Бромиды и иодиды титруются вместе с хлоридами в эквивалентных соотношениях. При анализе ПВС, содержащих бромиды и иодиды в концентрациях намного ниже, чем концентрация хлоридов, их влиянием можно пренебречь.

11.3.4 Выполнению измерений массовой концентрации хлоридов мешают железо, медь, цинк, марганец при содержании в анализируемой аликвоте пробы более 1 мг и хром(VI) при содержании в анализируемой аликвоте пробы более 0,2 мг. При достаточно высоком содержании хлоридов для устранения влияния металлов следует уменьшить объем аликвоты так, чтобы содержание металлов стало ниже указанных значений. Присутствие высоких концентраций металлов в пробах с низкой концентрацией хлоридов маловероятно.

12 Обработка результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию хлоридов в анализируемой воде X, мг/дм^3, находят по формуле

$$X = \frac{M \cdot V \cdot C_{Hg} \cdot 1000}{V_1}, \qquad (2)$$

где M - масса моля хлорид-иона, г/моль (35,45);

V - объём раствора нитрата ртути, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см^3;

C_{Hg} - молярная концентрация раствора нитрата ртути, моль/дм^3 КВЭ;

V_1 - объем аликвоты пробы воды, взятый для анализа, см^3.

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

13 Оформление результатов измерений

13.1 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \ (P = 0,95), \qquad (3)$$

где ±Δ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации хлоридов (см. таблицу 1).

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности, последние не должны содержать более двух значащих цифр.

13.2 Допустимо представлять результат в виде:

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

где ± $\Delta_л$ - границы характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений.

14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

14.1 Общие положения

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

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

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

14.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

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

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

$$К_к = | X' - X - C_д | , \quad (5)$$

где X′ – результат контрольного измерения массовой концентрации хлоридов в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

X – результат измерения массовой концентрации хлоридов в рабочей пробе мг/дм^3;

$C_д$ – величина добавки, мг/дм^3.

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

$$К = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2} , \quad (6)$$

где $\Delta_{лх'}$- значение характеристики погрешности методики, соответствующее массовой концентрации хлоридов в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$\Delta_{лх}$- значение характеристики погрешности методики соответствующее массовой концентрации хлоридов в рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лх'}=0{,}84\cdot\Delta_{x'}$ и $\Delta_{лх}=0{,}84\cdot\Delta_{x}$. с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

14.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \leq K, \qquad (7)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

15 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

15.1 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 рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77\sigma_R. \qquad (8)$$

15.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725 – 6 или МИ 2881.

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

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов хлорид-ионов АР1-Cl^- и АР2-Cl^-

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов хлорид-ионов, предназначенных для установления точной концентрации раствора нитрата ртути и контроля точности результатов измерений массовой концентрации хлоридов в пробах ПВС и очищенных сточных вод меркуриметрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А 1.

Таблица А1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов хлорид-ионов

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора	
	АР1-Cl^-	АР2-Cl^-
Аттестованное значение массовой концентрации хлорид-ионов, мг/$см^3$	1,773	0,443
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации хлорид-ионов (Р=0,95), мг/$см^3$	0,0023	0,0014
Аттестованное значение молярной концентрации хлорид-ионов, моль/$дм^3$	0,0500	0,0125
Границы погрешности аттестованного значения молярной концентрации хлорид-ионов (Р=0,95), моль/$дм^3$	0,000065	0,000039

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008.

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ Р 1770-74 вместимостью 200 и 500 $см^3$.

А 3.3 Пипетка с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью 50 $см^3$.

А.3.4 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82.

А.3.5 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

А.3.6 Чашка выпарительная № 1 или 2 по ГОСТ 9147-80.

А 3.7 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82 с безводным хлоридом кальция.

А.3.8 Шпатель.

А.3.9 Промывалка.

А.3.10 Склянки для хранения растворов вместимостью 0,25 $дм^3$ и 0,5 $дм^3$.

А.3.11 Шкаф сушильный общелабораторного назначения с диапазоном температур до 250 °С.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

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

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов хлорид-ионов

А.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-Cl^-

Для приготовления аттестованного раствора АР1-Cl^- на лабораторных весах высокого класса точности ввзвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 1,461 г хлорида натрия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при 250 °С в течение 2 ч. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объём раствора до метки и перемешивают. Переносят раствор в склянку с хорошо притертой стеклянной или пластиковой пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию хлорид-ионов 1,773 мг/$см^3$ и молярную концентрацию 0,0500 моль/$дм^3$.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-Cl^-

Отбирают пипеткой с одной отметкой 50,0 $см^3$ раствора АР1-Cl^-, помещают его в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в склянку с хорошо притертой стеклянной или пластиковой пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию хлорид-ионов 0,443 мг/$см^3$ и молярную концентрацию 0,0125 моль/$дм^3$.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А 6.1 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР1-Cl^-

Аттестованные значения молярной концентрации хлорид-ионов M_1, моль/дм^3 и массовой концентрации хлорид-ионов C_1, мг/см^3, рассчитывают по формулам

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

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

где m - масса навески хлорида натрия, г;

V - вместимость мерной колбы, см^3;

35,45 и 58,44 - молярная масса хлорид-иона и хлорида натрия, соответственно, г/моль.

Расчет предела возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Cl^- $\Delta_{1с}$, мг/см^3, или $\Delta_{1м}$, моль/дм^3, выполняют по формулам

$$\Delta_{1с} = C_1 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_\mu}{\mu})^2 + (\frac{\Delta_m}{m})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2} \qquad (А.3)$$

или $$\Delta_{1м} = M_1 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_\mu}{\mu})^2 + (\frac{\Delta_m}{m})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2}, \qquad (А.4)$$

где C_1 (M_1) - *приписанное раствору* АР1-Cl^- *значение массовой* (молярной) концентрации хлорид-ионов, мг/см^3 (моль/дм^3);

Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ;

μ - массовая доля основного вещества (NaCl), приписанная реактиву квалификации «х.ч.»;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Cl^- равен

$$\Delta_{1c} = 1{,}773 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}1}{100})^2 + (\frac{0{,}0004}{1{,}461})^2 + (\frac{0{,}40}{500})^2} = 0{,}0023 \text{ мг/см}^3$$

или $\Delta_{1м} = 0{,}0500 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}1}{100})^2 + (\frac{0{,}0004}{1{,}461})^2 + (\frac{0{,}40}{500})^2} = 0{,}000065$ моль/дм^3.

А.6.2 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР2-Cl^-

Аттестованное значение молярной концентрации хлорид-ионов M_2, моль/дм^3, или массовой концентрации C_2, мг/см^3, рассчитывают по формулам

$$M_2 = \frac{M_1 \cdot V_1}{V_2} \qquad (А.5)$$

или $$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}, \qquad (А.6)$$

где V_1 - объем раствора АР1-Cl^-, отбираемый пипеткой, см^3;

V_2 - вместимость мерной колбы, см^3.

Расчет предела возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Cl^- Δ_{2c}, мг/см^3, или $\Delta_{2м}$, моль/дм^3, выполняют по формулам

$$\Delta_{2c} = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_{V1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_{V2}}{V_2})^2} \qquad (А.7)$$

или $$\Delta_{2м} = M_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{M_1})^2 + (\frac{\Delta_{V1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_{V2}}{V_2})^2}, \qquad (А.8)$$

где Δ_{V1} - предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см^3;

Δ_{V2} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Cl^- равен

$$\Delta_{2c} = 0{,}443 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0023}{1{,}773})^2 + (\frac{0{,}12}{50})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}0014 \text{ мг/см}^3 \quad \text{или}$$

$$\Delta_{2м} = 0{,}0125 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}000064}{0{,}0500})^2 + (\frac{0{,}12}{50})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}000039 \text{ моль/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

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

А.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним специальным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в лаборатории не менее 6 мес.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должна быть наклеена этикетка с указанием условного обозначения раствора, массовой и молярной концентрации хлорид-ионов, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованные растворы следует хранить в стеклянной склянке с притертой стеклянной или пластиковой пробкой при комнатной температуре не более 6 мес.

Приложение Б
(обязательное)

Подготовка активного угля

Порцию активного угля, достаточную для заполнения колонки, помещают в термостойкую коническую колбу, добавляют от 100 до 150 $см^3$ раствора соляной кислоты 4 моль/$дм^3$ и кипятят от 2 ч, накрыв колбу часовым стеклом. Если раствор кислоты окрашивается, повторяют операцию до тех пор, пока он не останется бесцветным. Уголь отмывают дистиллированной водой до значения pH, соответствующего pH дистиллированной воды по универсальной индикаторной бумаге, добавляют от 100 до 150 $см^3$ раствора гидроксида натрия, 1 моль/$дм^3$, и выдерживают от 8 до 10 ч. Если появляется окраска, операцию повторяют.

Очищенный уголь отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге, затем промывают бидистиллированной водой. Хранят в склянке с бидистиллированной водой.

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, после чего промывают бидистиллированной водой.

Приложение В
(рекомендуемое)

Предварительная оценка содержания хлоридов в пробе воды неизвестного состава

В пробирку приливают 5 $см^3$ анализируемой воды, добавляют 2 капли раствора азотной кислоты 0,5 моль/$дм^3$ и 3 капли 10 %-ного раствора нитрата серебра. По характеру появляющейся мути (осадка) оценивают ориентировочную концентрацию хлоридов в соответствии с таблицей В.1.

Таблица В.1 – Предварительная оценка содержания хлоридов в пробе воды неизвестного состава

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

Лист регистрации изменений

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

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

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

Факс: (8632) 22-44-70
Телефон (8632) 22-66-68
E-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики измерений **№ 402.01.00175-2009**

Методика измерений массовой концентрации хлоридов в водах меркуриметрическим методом,

разработанная федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»), пр. Стачки, д. 198, г. Ростов-на-Дону, 344090

и регламентированная РД 52.24.402-2011 Массовая концентрация хлоридов в водах. Методика измерений меркуриметрическим методом (26 с.),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений 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 при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 1,0 до 50,0 включ.	0,02+0,010 X	0,09+0,031 X	0,03+0,017·X	0,17+0,064 X

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

Диапазон измерений массовой концентрации хлоридов X, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, мг/дм^3
От 1,0 до 50,0 включ.	0,06+0,028·X	0,25+0,086 X

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.402-2011.

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

Дата выдачи 18.08.2009.

Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru