ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



С.А. Хахалин

2011 г.

# КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

# МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ «АКТИВНОГО ХЛОРА» В ПИТЬЕВЫХ, ПОВЕРХНОСТНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.113-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н. В.С. Талисманов

Разработчик:

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)
Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86
Телефон: (495) 943-29-44
Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

## 1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации "активного хлора" ("остаточного хлора") в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом.

Диапазон измерений от 0,05 до 5 мг/дм$^3$.

Под термином "активный хлор" понимают суммарное содержание в воде: свободного хлора, двуокиси хлора, хлорноватистой кислоты, хлораминов, гипохлоритов.

Определению мешают нитрит-ионы, нитрат-ионы, соли железа, марганца и другие окислители, вступающие в реакцию с йодидом калия в кислой среде. Для устранения мешающего влияния вышеперечисленных компонентов реакцию проводят с ацетатным буферным раствором, имеющим pH=4,5.

## 2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений[1] – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

**Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений**

| Диапазон измерений, | Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u$, % | Расширенная относительная неопределенность[2], $U$ при коэффициенте охвата k = 2, % |
|---|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ. | 12,5 | 25 |
| Св. 0,3 до 1 включ. | 8,5 | 17 |
| Св. 1 до 5 включ. | 6 | 12 |

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

– оценке качества проведения испытаний в лаборатории;

– оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

## 3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

### 3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008.

Универсальный иономер ЭВ-74, ТУ 25-05-2147-76.

Имитатор содержания активного хлора, ГСО 7104-94 ÷ 7106-94.

Бюретка 7-2-10, ГОСТ 29251-91.

Колбы мерные наливные 2-50-2; 2-100-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2, ГОСТ 1770-74.

Пипетки градуированные 4(5)-2-1; 4(5)-2-2; 6(7)-2-5; 6(7)-2-10; 6(7)-2-25; 6(7)-2-50; 6(7)-2-100, ГОСТ 29227-91.

Стаканчики для взвешивания СВ, ГОСТ 25336-82.

Цилиндры или мензурки 2-50; 2-100; 2-250; 2-500, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические К-250 – ТХС, К-500 - ТСХ, ГОСТ 25336-82.

Шпатель, ГОСТ 9147-80.

Бюксы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Воронки В-56 или В-75, ГОСТ 25336-82.

Бутыли из темного стекла с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 2000-3000 $см^3$ для отбора и хранения проб.

**Примечания.**

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

### 3.2 Реактивы и материалы

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77.
Кислота уксусная, ГОСТ 61-75.
Калий йодистый, ГОСТ 4232-74.
Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат), стандарт-титр, ТУ 6-09-2540-87.
Калий двухромовокислый, стандарт-титр, ТУ 6-09-2540-87.
Натрий уксуснокислый 3-водный, ГОСТ 199-78.
Крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76.
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.
Синтетическое моющее средство.

**Примечания.**

1 Все реактивы, используемые для измерений, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

## 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Титриметрический метод определения "активного хлора" основан на том, что свободный хлор, хлорноватистая кислота, гипохлорит-ион, моно- и дихлорамины в кислой среде реагируют с йодидом калия с выделением йода, который титруют тиосульфатом натрия в присутствии крахмала.

## 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

**5.1** При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

**5.2** Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

**5.3** Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой титриметрического анализа и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

## 7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;

атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст);

относительная влажность (80±5) %;

напряжение сети (220±22) В;

частота переменного тока (50 ±1) Гц.

## 8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка посуды для отбора проб, отбор проб, их консервирование и хранение, приготовление вспомогательных растворов,

### 8.1 Подготовка посуды для отбора проб

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной, затем 3-4 раза дистиллированной водой.

### 8.2 Отбор проб, их консервирование и хранение

*8.2.1* Отбор проб питьевых вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51593-2000 "Вода питьевая. Отбор проб".

Отбор проб поверхностных и сточных вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбо-

ру проб", ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод».

***8.2.2*** Пробы воды, объемом не менее 1000 $см^3$, отбирают в бутыли из темного стекла, подготовленные по п. 8.2 и предварительно ополоснутые отбираемой водой.

***8.2.3*** Пробу предохраняют от прямого солнечного света, нагревания и сотрясений. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в тару, обеспечивающую все вышеперечисленные условия.

***8.2.4*** Пробу воды анализируют в день отбора, не консервируют.

***8.2.5*** При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

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

### 8.3 Приготовление вспомогательных растворов

***8.3.1 Уксусная кислота, раствор молярной концентрации 1 моль/$дм^3$.***

60 $см^3$ концентрированной уксусной кислоты, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ примерно наполовину заполненную дистиллированной водой, объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

***8.3.2 Уксуснокислый натрий, раствор молярной концентрации 1 моль/$дм^3$.***

Навеску (136,1 г) трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой.

*8.3.3 Уксусно-ацетатный буферный раствор (pH=4,5).*

В мерной колбе вместимостью 1000 см$^3$ смешивают 102 см$^3$ раствора уксусной кислоты (п.8.3.1) и 98 см$^3$ раствора уксуснокислого натрия (п.8.3.2), объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

*8.3.4 Крахмал, 0,5%-ный раствор.*

Навеску (5,00 г) крахмала помещают в стакан, приливают 50 см$^3$ воды, перемешивают. Полученную кашицу вливают тонкой струйкой при перемешивании в 950 см$^3$ кипящей воды, кипятят 3-5 минут.

Раствор устойчив в течение 4-5 дней.

*8.3.5 Раствор тиосульфата натрия (I) нормальной концентрации 0,1 н.*

Содержимое ампулы стандарт-титра тиосульфата натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

*8.3.6 Раствор тиосульфата натрия (II) нормальной концентрации 0,01 н.*

100 см$^3$ раствора тиосульфата натрия (I) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

*8.3.7 Раствор тиосульфата натрия (III) нормальной концентрации 0,005 н.*

50 см$^3$ раствора тиосульфата натрия (II) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

*8.3.8 Растворы бихромата калия (I) нормальной концентрации 0,1 н.*

Содержимое ампулы стандарт-титра бихромата калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

***8.3.9 Растворы бихромата калия (II нормальной концентрации 0,01 н.***

100 см$^3$ раствора бихромата калия (I) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

***8.3.10 Растворы бихромата калия (III) нормальной концентрации 0,005 н.***

50 см$^3$ раствора бихромата калия (II) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

***8.3.11 Раствор серной кислоты (1:4).***

Смешивают 4 части дистиллированной воды и 1 часть концентрированной серной кислоты, осторожно приливая кислоту к воде.

## 9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовой концентрации «активного хлора» в пробах питьевых, поверхностных и сточных вод выполняют следующие операции.

В коническую колбу вместимостью 500 см$^3$, снабженную притертой стеклянной пробкой, помещают шпателем 0,5-0,7 г йодистого калия, растворяют в 2-3 см$^3$ дистиллированной воды, приливают 12 см$^3$ уксусно-ацетатного буферного раствора (п. 8.3.3) и 200 см$^3$ анализируемой воды, перемешивают, помещают на 5 минут в темное место.

Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия (III) при содержании "активного хлора" от 0,05 до 1 мг/дм$^3$ или раствором тиосульфата натрия (II) при содержании "активного хлора" свыше 1 мг/дм$^3$ до появления светло-желтой окраски. Добавляют 1-2 см$^3$ раствора крахмала (п.8.3.4) и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

## 10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию "активного хлора", X (мг/дм$^3$) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \times K \times M \times 35,45 \times 1000}{V}, \quad (1)$$

где а - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование анализируемой пробы, см$^3$;

V - аликвотная часть пробы, см$^3$;

М - молярная концентрация эквивалента тиосульфата натрия, моль/дм$^3$;

К – поправочный коэффициент к титру раствора тиосульфата натрия[3];

35,5 - эквивалентная молярная масса хлора, г/моль.

При необходимости за результат измерений $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений $X_1$ и $X_2$

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

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср} \qquad (3)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

**Таблица 2 – Значения предела повторяемости при вероятности Р=0,95**

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, % |
|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ. | 25 |
| Св. 0,3 до 1 включ. | 17 |
| Св. 1 до 5 включ. | 11 |

При невыполнении условия (3) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

[3] Установление поправочного коэффициента к титру раствора тиосульфата натрия приведено в приложении Б.

## 11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm = 0,01 \cdot U \cdot X$, мг/дм$^3$,

где $X$ – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10, мг/дм$^3$;

$U$ – значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2).

Значение $U$ приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm 0,01 \cdot U_л \cdot X$, мг/дм$^3$, P=0,95, при условии $U_л < U$, где $U_л$ - значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

**Примечания.**

При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;

– способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

## 12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

### 12.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;

- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые проце-

дуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов измерений возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

### 12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Образцами для контроля являются ГСО 7104-94 ÷ 7106-94 – имитатор содержания активного хлора.

Подготовленный образец анализируют в точном соответствии с настоящей методикой. Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K$.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | C_{ср} - C | \qquad (5)$$

где $C_{ср}$ – результат измерений массовой концентрации «активного хлора» в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 10;

С – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля $K$ рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{I(TOE)}, \qquad (6)$$

где $\sigma_{I(TOE)}$ - стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации активного хлора в образце для контроля, мг/дм$^3$.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (7)$$

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

## 13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ДВУХ ЛАБОРАТОРИЯХ

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 среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

**Таблица 3 – Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95**

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, % |
|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ. | 34 |
| Св. 0,3 до 1 включ. | 22 |
| Св. 1 до 5 включ. | 17 |

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

# ПРИЛОЖЕНИЕ А
## (информационное)

**Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений**

| Источник неопределенности | Оценка типа | Стандартная относительная неопределенность[4], % | | |
|---|---|---|---|---|
| | | (от 0,05 - 0,3) мг/дм$^3$ | (св. 0,3 - 1) мг/дм$^3$ | (св. 1 - 5) мг/дм$^3$ |
| Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, $u_1$, % | B | 2,3 | 2,3 | 1,8 |
| Подготовка проб к анализу, $u_2$, % | B | 2,2 | 2,2 | 2,2 |
| Стандартное отклонение результатов измерений объема титранта, израсходованного на титрование, $u_3$, % | B | 5,2 | 5,2 | 5,2 |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости[5], $u_r$ ($\sigma_r$), % | A | 9 | 6 | 4 |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности[5], $u_{I(TOE)}$ ($\sigma_{I(TOE)}$), % | A | 11 | 7 | 5 |
| Стандартное отклонение измерений полученных в условиях воспроизводимости, $u_R$ ($\sigma_R$), % | A | 12 | 8 | 6 |
| Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$, % | | 12,5 | 8,5 | 6 |
| Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн}$) при $k = 2$, % | | 25 | 17 | 12 |

**Примечания:**
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

[4] Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.
[5] Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

### Установление поправочного коэффициента к титру раствора тиосульфата натрия

Поправочный коэффициент к титру 0,01 н. раствора тиосульфата натрия определяют по 0,01 н. раствору бихромата калия. Для этого в коническую колбу с притертой пробкой помещают 0,5 г иодида калия, растворяют его в 2 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 5 $см^3$ разбавленной (1:4) серной кислоты, затем 10 $см^3$ 0,01 моль/$дм^3$ раствора бихромата калия, добавляют 80 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 минут. Затем выделившийся йод титруют 0,01 моль/$дм^3$ раствором тиосульфата натрия в присутствии 1 $см^3$ раствора крахмала (0,5%-ного), прибавленного в конце титрования. Поправочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{10}{A},$$

где А - количество раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование 10 $см^3$ раствора бихромата калия, $см^3$.

Поправочный коэффициент к титру 0,005 н. раствора тиосульфата натрия рассчитывают по 0,005 н. раствору бихромата калия, как указано для 0,01 н. раствора тиосульфата натрия.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

# СВИДЕТЕЛЬСТВО

## об аттестации методики (метода) измерении

**№ 013/01.00301-2010/2011**

Методика измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом,

предназначеннаядля применения в организациях, осуществляющих контроль состава питьевых, поверхностных и сточных вод,

разработанная ФБУ «ФЦАО» 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д 11 стр 1

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.113-97 «Методика измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом», 2011 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с **Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.**

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 листах.

**И.о. директора ФБУ «ФЦАО»** **С.А. Хахалин**

**Дата выдачи: 15.03.2011 г.**

*125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1, тел./факс (495) 943-29-44 www.fcao.ru*

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 646-8085 608-7617, г. Москва, 2009 год

# ПРИЛОЖЕНИЕ

**к свидетельству № 013/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом**

на 2 листах

**1 Показатели точности измерений[1] приведены в таблице 1**

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Суммарная стандартная относительная неопределенность,u, % | Расширенная относительная неопределенность[2], U при коэффициенте охвата k = 2, % |
|---|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ. | 12,5 | 25 |
| Св. 0,3 до 1 включ. | 8,5 | 17 |
| Св. 1 до 5 включ. | 6 | 12 |

**2 Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации «активного хлора»**

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации «активного хлора»

| Источник неопределенности | Оценка типа | Стандартная относительная неопределенность, % | | |
|---|---|---|---|---|
| | | (от 0,05 – 0,3) мг/дм$^3$ | (св 0,3 – 1) мг/дм$^3$ | (св. 1 – 5) мг/дм$^3$ |
| Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, $u_1$, % | B | 2,3 | 2,3 | 1,8 |
| Подготовка проб к анализу, $u_2$, % | B | 2,2 | 2,2 | 2,2 |
| Стандартное отклонение результатов измерений объема титранта, израсходованного на титрование, $u_3$, % | B | 5,2 | 5,2 | 5,2 |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости[3], $u_r$ ($\sigma_r$), % | A | 9 | 6 | 4 |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности[3], $u_{I(ПОБ)}$ ($\sigma_{I(ПОБ)}$), % | A | 11 | 7 | 5 |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, $u_R$ ($\sigma_R$),% | A | 12 | 8 | 6 |
| Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$, % | | 12,5 | 8,5 | 6 |
| Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при $k = 2$, % | | 25 | 17 | 12 |

**Примечания:**

1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.

2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

---

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563 -2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

[3] Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

## ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

**к свидетельству № 013/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом**
на 2 листах

### 3 Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Таблица 3 - Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

| Наименование операции | Контролируемая (проверяемая) характеристика | Значение норматива при вероятности P = 0,95,% | | |
|---|---|---|---|---|
| | | (от 0,05 – 0,3) мг/дм$^3$ | (св. 0,3 – 1) мг/дм$^3$ | (св. 1 – 5) мг/дм$^3$ |
| Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений) | Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому | r | | |
| | | 25 | 17 | 11 |
| Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости | Модуль разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому | R[4] | | |
| | | 34 | 22 | 17 |

Эксперт в области аттестации
методик (методов измерений)
Сертификат № RUM 02.33.00389
Дата выдачи: 24.11.2009 г.

Т.Н. Попова

[4] Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости ($R$) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.

gost.e-ecolog.ru