Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.24. 522-2009

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХРОМА ОБЩЕГО В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ДИФЕНИЛКАРБАЗИДОМ

Ростов-на-Дону
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Гидрохимический институт (ГУ ГХИ)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук, И.А.Рязанцева

3 СОГЛАСОВАН с ГУ НПО «Тайфун» 10.12.2009 и УМЗА Росгидромета 18.12.2009

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 18.12.2009

5 АТТЕСТОВАН ГУ ГХИ, свидетельство об аттестации № 176.24-2009 от 22.04.2009

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.24.522-2009 от 28.12.2009

7 ВЗАМЕН Методики выполнения измерений «Фотометрическое определение суммарного содержания хрома (III) и хрома (VI) с дифенилкарбазидом» в Руководстве по химическому анализу поверхностных вод суши, Гидрометеоиздат. Л., 1977, с. 183-186.

© ГУ ГХИ, Росгидромет, 2009

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Приписанные характеристики погрешности измерения 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы 3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства 3
4.2 Реактивы и материалы 5
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 6
7 Требования к квалификации операторов 6
8 Условия выполнения измерений 6
9 Отбор и хранение проб 6
10 Подготовка к выполнению измерений 7
10.1 Приготовление растворов и реактивов 7
10.2 Приготовление градуировочных растворов 8
10.3 Установление градуировочных зависимостей 9
10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики 10
10.5 Подготовка посуды для определения хрома общего 11
11 Выполнение измерений 11
11.1 Выполнение измерений массовой концентрации хрома общего в водном растворе 11
11.2 Выполнение измерений массовой концентрации хрома общего с экстракционным концентрированием 12
11.3 Устранение мешающих влияний 12
12 Вычисление и оформление результатов измерений 13
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 14
13.1 Общие положения 14
13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок 15
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости 16
Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов хрома общего АР1-Cr, АР2-Cr, АР3-Cr 17

Введение

Хром является одним из главных металлов глубинных зон Земли. Среднее содержание хрома в земной коре 0,035%. Наиболее распространенными природными минералами хрома являются крокоит, хромит, уваровит, волконскоит. Основные минералы, из которых промышленность получает хром, – это хромовая шпинель переменного состава с общей формулой $(Mg,Fe)O\cdot(Cr,Al,Fe)_2O_3$ и хромовая руда или хромистый железняк $Fe(CrO_2)_2$.

Основным природным источником поступления хрома в поверхностные воды являются процессы химического выщелачивания его соединений из горных пород и минералов, из почв при разложении организмов и растений, сопровождающиеся растворением. Значительная часть хрома поступает также из подземных вод и почв в районах рудных месторождений.

Антропогенное загрязнение водных объектов соединениями хрома обусловлено их выносом со сточными водами гальванических цехов, текстильных и кожевенных предприятий, химических производств и др. Антропогенные источники вносят в окружающую среду значительно большее количество хрома, чем природные.

Понижение концентрации растворенного хрома может быть связано с потреблением его водными организмами (например, сине-зелеными водорослями), но в основном это связано с сорбцией на взвешенных частицах и осаждением.

Хром является одним из микроэлементов, который постоянно входит в состав тканей растений и животных. У животных хром участвует в обмене липидов, белков (входит в состав фермента трипсина), углеводов. Снижение содержания хрома в пище и крови приводит к уменьшению скорости роста, увеличению холестерина в крови.

Соединения хрома могут присутствовать в водах в двух степенях окисления: Cr (III) и Cr (VI). Cr (III) устойчив в растворе и в реальных условиях существования водных объектов далее, как правило, не окисляется. Cr (VI), существующий в виде хромат-ионов, относительно устойчив только в аэробных условиях, в отсутствии сравнительно легкоокисляемых органических веществ; при дефиците кислорода и в присутствии восстановителей он быстро восстанавливается до Cr (III).

В поверхностных водах содержание растворенного хрома обычно не превышает 10 мкг/дм^3. На состав и формы нахождения соединений хрома в водах оказывают существенное влияние такие факторы как температура, pH, Eh и другие. Cr (VI) преимущественно находится в воде в растворенном состоянии в виде хромат-иона, в то время как для Cr (III) харак-

терна миграция во взвешенном состоянии. Во взвеси доминирующее положение занимает сорбированная форма.

Соединения хрома, особенно Cr (VI) токсичны и обладают канцерогенным и мутагенным действием, поэтому содержание хрома в поверхностных водах нормируется. Для водных объектов рыбохозяйственного назначения предельно-допустимая концентрация (ПДК) растворенного Cr (VI) и Cr (III) составляют 0,02 мг/дм^3 и 0,07 мг/дм^3 соответственно; для объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения ПДК 0,05 мг/дм^3 (с учетом валового содержания всех форм).

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХРОМА ОБЩЕГО В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ДИФЕНИЛКАРБАЗИДОМ

Дата введения - 2010-02-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации хрома общего в природных и очищенных сточных водах в диапазоне от 2,0 до 150 мкг/дм^3 фотометрическим методом с дифенилкарбазидом.

При анализе проб воды с массовой концентрацией хрома общего, превышающей 150 мкг/дм^3, допускается выполнение измерений после разбавления пробы бидистиллированной водой таким образом, чтобы массовая концентрация хрома общего в разбавленной пробе находилась в диапазоне от 100 до 150 мкг/дм^3.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 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, А.4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

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 хрома общего X, мкг/дм^3	Показатель повторяемос-ти (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
Экстракционно-фотометрическое измерение				
От 2,0 до 10,0 включ.	0,2+0,046·X	0,4+0,10·X	0,2+0,052·X	0,8+0,21·X
Св. 10,0 до 30,0 включ.	0,6	0,8+0,068·X	0,4+0,037·X	1,6+0,14·X
Фотометрическое измерение				
От 10 до 20 включ.	1	1	2	4
Св. 20 до 150 включ.	1	2	3	6

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией хрома общего свыше 150 мкг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения массовой концентрации хрома общего в исходной пробе находят по формуле

$$\pm\Delta=\pm 6\cdot\eta; \quad (1)$$

где η - степень разбавления.

Предел обнаружения хрома общего экстракционно-фотометрическим методом равен 1 мкг/дм^3.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2, СФ-46, СФ-56 и др.)

4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.3 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 Государственный стандартный образец состава раствора ионов хрома ГСО 7257-96 (далее – ГСО).

4.1.5 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 50 см^3 - 1 шт.,100 см^3 - 10 шт., 200 см^3 - 1 шт., 500 см^3 - 1 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 - 3 шт., 10 см^3 - 1 шт., 25 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 - 3 шт.

4.1.8 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 см^3 - 2 шт., 50 см^3 -1 шт., 100 см^3 - 1 шт., 1000 см^3 - 1 шт.

4.1.9 Пробирки градуированные исполнения 2, с взаимозаменяемым конусом 14/23, с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 см^3 - 7 шт.

4.1.10 Пробирки градуированные исполнения 1 по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 $см^3$ - 2 шт.

4.1.11 Колбы типа Кн или П исполнения 1, со взаимозаменяемым конусом 29/32, ТС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 $см^3$ - 7 шт.

4.1.12 Стаканы В-2, ТС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 100 $см^3$ - 1 шт., 250 $см^3$ - 1 шт., 400 $см^3$ - 1 шт., 600 $см^3$ - 1 шт., 1000 $см^3$ - 2 шт.

4.1.13 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9 и 34/12 по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.14 Воронки делительные ВД исполнения 1,3, ХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 $см^3$ - 4 шт.

4.1.15 Воронки лабораторные, тип В по ГОСТ 25336-82 диаметром: 25-36 мм - 7 шт., 56 мм - 2 шт.

4.1.16 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 100 мм или 190 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.17 Установка из стекла для перегонки растворителей, включающая перегонную колбу вместимостью 1 $дм^3$ с взаимозаменяемым конусом 29/32; ёлочный дефлегматор длиной не менее 25 см с взаимозаменяемыми конусами 14/23, 29/32; насадку типа Н1 с взаимозаменяемыми конусами 14/23; холодильник ХПТ длиной не менее 30 см с взаимозаменяемым конусом 14/23; аллонж по ГОСТ 25336-82, термометр ртутный с диапазоном от 0 до 100 °С по ГОСТ 13646-68.

4.1.18 Посуда стеклянная для хранения проб и растворов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5 и 1,0 $дм^3$.

4.1.19 Флакон полиэтиленовый (полипропиленовый) для хранения раствора фторида натрия вместимостью 0,1 $дм^3$.

4.1.20 Шпатель по ГОСТ 9147-80.

4.1.21 Штатив для пробирок.

4.1.22 Штатив для делительных воронок.

4.1.23 Холодильник бытовой.

4.1.24 Печь муфельная по ТУ 79 РСФСР 337-82.

4.1.25 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

4.1.26 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.27 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных обеззоленных фильтров.

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 Калий двухромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220-75, х.ч. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 1,5-дифенилкарбазид по ТУ 6-09-07-1672-89, ч.д.а.

4.2.3 Натрий фтористый (фторид натрия) по ГОСТ 4463-76, ч.д.а.

4.2.4 Натрия азид (азид натрия) импортный, х.ч.

4.2.5 Кислота трихлоруксусная по ТУ 6-09-1926-77, ч.

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

4.2.7 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

4.2.8 Калий марганцовокислый (перманганат калия) по ГОСТ 20490-75, ч.д.а.

4.2.9 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87.

4.2.10 Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830-79, ч.д.а.

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

4.2.12 Натрий сернокислый, безводный (натрия сульфат) по ГОСТ 4166-76, ч.

4.2.13 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.14 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».

4.2.15 Фильтры бумажные обеззоленные «красная лента» по ТУ 6-09-1678-86, диаметром не более 6 см.

4.2.16 Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026-76.

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

5 Метод измерений

Выполнение измерений основано на окислении хрома (III) до хрома (VI) и взаимодействии хрома (VI) с дифенилкарбазидом в кислой среде, создаваемой серной и трихлоруксусной кислотой, с образованием красно-фиолетового положительно заряженного внутрикомплексного соединения.

При определении концентраций хрома общего от 20 до 30 мкг/дм^3 включительно допускается проводить определение как с концентрированием, так и без него. В диапазоне измерений массовой концентрации хрома общего от 10 до 20 мкг/дм^3 метод измерения выбирают в зависимости

от требований к точности измерений, поскольку погрешность экстракционно-фотометрического метода меньше погрешности фотометрического метода (см. таблицу 1).

Максимум оптической плотности в спектре водного раствора комплекса находится при 540 нм, экстракта – при 550 нм.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации хрома общего в пробах природных 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 измерений, относятся ко 2-му и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

6.4 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица со средним профессиональным образованием, имеющие стаж работы в лаборатории не менее года и освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего 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 в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб для выполнения измерений массовой концентрации хрома общего производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы как можно быстрее после отбора (не позже 2 ч) фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в течение 10 мин в 1 %-ном растворе соляной кислоты, затем в дистиллированной воде. Первые порции фильтрата отбрасывают. Объем отбираемой пробы не менее 200 $см^3$. Пробу консервируют концентрированной серной кислотой из расчета 1$см^3$ на 1,0 $дм^3$ воды. Законсервированную пробу хранят до анализа в стеклянной посуде не более 10 сут.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор 1,5-дифенилкарбазида, 0,25 %-ный

Взвешивают в бюксе 0,10 г 1,5- дифенилкарбазида, переносят его в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 50 $см^3$ этилового спирта. Раствор 1,5-дифенилкарбазида в этиловом спирте должен быть практически бесцветным, если же при растворении появляется окраска, то следует проверить качество 1,5-дифенилкарбазида, либо перегнать этиловый спирт. Раствор хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике до появления бледно-желтой или розоватой окраски (но не более месяца).

Спирт перегоняют в стеклянной установке с дефлегматором. При перегонке 1 $дм^3$ этилового спирта первую порцию (около 50 $см^3$) отбрасывают, отгоняют примерно 850 – 870 $см^3$ спирта для использования, остаток спирта в перегонной колбе также отбрасывают.

10.1.2 Раствор трихлоруксусной кислоты, 20 %-ный

В мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ помещают 50 г трихлоруксусной кислоты и растворяют в бидистиллированной воде. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки на колбе и перемешивают. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

10.1.3 Раствор фторида натрия, 3 %-ный

В стакан вместимостью 250 $см^3$ помещают 3,0 г фторида натрия и растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воде при слабом нагревании. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде не более 1 мес.

10.1.4 Раствор азида натрия, 30 %-ный

Растворяют 9 г азида натрия в 21 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в холодильнике.

10.1.5 Раствор соляной кислоты, 1 %-ный

В стакан вместимостью 400 $см^3$ приливают 250 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 7 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и перемешивают.

10.1.6 Раствор серной кислоты (1:1)

В термостойкий стакан вместимостью 1000 $см^3$ вносят 400 $см^3$ дистиллированной воды и осторожно приливают 400 $см^3$ концентрированной серной кислоты, непрерывно перемешивая смесь стеклянной палочкой. После охлаждения переносят в толстостенную склянку. Срок хранения не ограничен.

10.1.7 Раствор перманганата калия, 1%-ный

В 25 $см^3$ бидистиллированной воды растворяют 0,25 г перманганата калия. Раствор хранят в течение 1 недели в склянке из темного стекла.

10.1.8 Натрия сульфат (безводный)

Для удаления органических примесей сульфат натрия прокаливают при температуре 400 °С в течение 8 ч. Хранят в эксикаторе 1 мес.

10.1.9 Бидистиллированная вода

Для получения бидистиллированной воды в перегонную колбу наливают дистиллированную воду, добавляют 0,1 г перманганата калия на 1 $дм^3$ воды и несколько капель концентрированной серной кислоты. Колбу нагревают, первую порцию отгона отбрасывают (не менее 50 $см^3$), оставляя после перегонки в колбе около 10 % от первоначального объема дистиллированной воды. Хранят бидистиллированную воду в склянке с притертой стеклянной или завинчивающейся полипропиленовой пробкой.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с массовой концентрацией хрома 1,00 мг/$см^3$.

Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую пробирку. Для приготовления градуировочного раствора № 1 отбирают 5,0 $см^3$ образца с помощью чистой сухой пипетки с одной отметкой вместимостью 5 $см^3$ и переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Доводят объем в колбе до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация хрома в градуировочном растворе № 1 составит 100 мг/$дм^3$ (если концентрация хрома в ГСО не равна точно 1,00 мг/$см^3$, рассчитывают массовую концентрацию хрома в градуировочном растворе № 1 в соответствии с концентрацией конкретного образца). Раствор хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла в холодильнике 1 мес.

10.2.2 Для приготовления градуировочного раствора № 2 пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 $см^3$ отбирают 5,0 $см^3$ градуировочного раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и до-

водят до метки бидистиллированной водой. Массовая концентрация хрома в градуировочном растворе № 2 составит 5,00 мг/дм^3. Раствор используют в день приготовления.

10.2.3 Для приготовления градуировочного раствора № 3 градуированной пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 1,0 см^3 раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой. Массовая концентрация хрома в градуировочном растворе № 3 составит 1,00 мг/дм^3. Раствор используют в день приготовления.

10.2.4 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор, приготовленный из дихромата калия. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.3 Установление градуировочных зависимостей

10.3.1 Для установления градуировочной зависимости при выполнении измерений хрома в водном растворе в мерные колбы вместимостью 100 см^3 градуированными пипетками вместимостью 1 и 5 см^3 вносят 0; 0,5;1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией хрома 5,00 мг/дм^3, доводят объём растворов до меток бидистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовые концентрации хрома в полученных градуировочных образцах равны, соответственно, 0; 25; 50; 75; 100; 125; 150 мкг/дм^3. Из каждой колбы цилиндром вместимостью 100 см^3 отбирают 80 см^3 раствора, переносят его в сухие конические или плоскодонные колбы вместимостью 250 см^3. Выполняют определение хрома согласно 11.1, измеряя оптическую плотность водного раствора.

10.3.2 Для установления градуировочной зависимости при выполнении измерений хрома с экстракционным концентрированием в мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью градуированных пипеток вместимостью 1 и 5 см^3 помещают 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см^3 раствора с массовой концентрацией хрома 1,00 мг/дм^3, доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Массовые концентрации хрома в полученных градуировочных образцах равны, соответственно, 2,0; 5,0; 10; 15; 20; 30 мкг/дм^3. Из каждой колбы цилиндром вместимостью 100 см^3 отбирают 80 см^3 раствора, переносят его в конические или плоскодонные колбы вместимостью 250 см^3 и далее выполняют определение хрома с экстракционным концентрированием согласно 11.2. Одновременно выполняют холостой опыт, используя 80 см^3 бидистиллированной воды.

10.3.3 Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности градуировочных образцов. Градуировочные зависимости

оптической плотности от массовой концентрации хрома в градуировочных образцах рассчитывают методом наименьших квадратов. Градуировочные зависимости устанавливают при использовании новой партии 1,5-дифенилкарбазида, либо при замене измерительного прибора, но не реже одного раза в год.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении нового раствора 1,5-дифенилкарбазида или трихлоруксусной кислоты. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочных зависимостей по 10.3 (не менее 3 образцов для каждой градуировочной зависимости). Допускается проводить контроль стабильности одной градуировочной зависимости, если другая зависимость не используются для расчета результатов анализа проб воды за контролируемый период.

Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении условия

$$| X_г - C_г | \le \sigma_R , \qquad (2)$$

где $X_г$ – результат контрольного измерения массовой концентрации хрома общего в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

$C_г$ – приписанное значение массовой концентрации хрома общего в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

σ_R – показатель воспроизводимости для концентрации $C_г$, мкг/дм^3 (см. таблицу 1).

10.4.2 Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого раствора для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерения. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (2), устанавливают новую градировочную зависимость.

10.4.3 При выполнении условия (2) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации хрома общего в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

10.5 Подготовка посуды для определения хрома общего

Посуду, используемую для хранения проб и выполнения измерений массовой концентрации хрома общего, периодически (после выполнения анализа 4-5 серий проб) обрабатывают 1 %-ным раствором соляной кислоты, после чего посуду тщательно промывают и споласкивают дистиллированной и бидистиллированной водой.

Посуду, использованную для хранения и анализа сильно загрязненных проб следует выдерживать несколько минут с концентрированной серной кислотой, затем тщательно промывать водой.

Использовать посуду для других определений не рекомендуется.

11 Выполнение измерений

11.1 Выполнение измерений массовой концентрации хрома общего в водном растворе

11.1.1 Цилиндром вместимостью 100 $см^3$ отмеряют 80 $см^3$ отфильтрованной анализируемой воды, помещают ее в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ раствора серной кислоты и 2 капли раствора перманганата калия до темно-красной окраски, затем избыток - 3 капли. Кипятят раствор в течение 2 мин, затем добавляют 6 капель азида натрия, если окраска не исчезает, добавляют еще несколько капель азида натрия. Когда раствор полностью остынет переносят его в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ раствора фторида натрия, 5 $см^3$ раствора трихлоруксусной кислоты и 5 $см^3$ раствора дифенилкарбазида. Доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Если через 15 мин развивается красно-фиолетовя окраска, то проводят измерение оптической плотности водного раствора на фотометре (спектрофотометре) в кювете с толщиной слоя 5 см при 540 нм относительно дистиллированной воды. Одновременно с пробами выполняют холостой опыт, используя 80 $см^3$ дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

11.1.2 При превышении оптической плотности, соответствующей последней точке градуировочной зависимости, необходимо повторить измерение после разбавления пробы. Для разбавления отбирают аликвоту от 5 $см^3$ до 50 $см^3$ исходной пробы воды пипеткой с одной отметкой, помещают ее в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. 80 $см^3$ полученного раствора переносят в колбу вместимостью 250 $см^3$ и выполняют измерения согласно 11.1.1. Аликвоту для разбавления пробы следует выбирать таким образом,

чтобы массовая концентрация хрома общего в пробе после разбавления находилась в пределах от 100 до 150 мкг/дм^3.

11.2 Выполнение измерений массовой концентрации хрома общего с экстракционным концентрированием

11.2.1 Если после добавления реактивов к пробе (см. 11.1.1) не развивается заметное визуально красно-фиолетовое окрашивание, измерение следует проводить с экстракционным концентрированием. Для этого полученный раствор полностью переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 12 см^3 изоамилового спирта и экстрагируют пробу в течение 1 мин. После расслоения фаз экстракт фильтруют в пробирку с притертой пробкой, через воронку с фильтром «красная лента», в который помещен прокаленный сульфат натрия (1,0 -1,2 г). Сульфат натрия можно отмерять градуированной пробиркой (объем сульфата 0,5 - 0,6 см^3) или другим подходящим мерником. Фильтр с солью предварительно смачивают изоамиловым спиртом. Фильтрование нужно проводить, как можно быстрее, рекомендуемое время составляет не более 15 мин. После фильтрования фильтр с сульфатом натрия промывают 1 см^3 изоамилового спирта. Доводят объем экстракта до 10 см^3, закрывают пробкой и перемешивают, переворачивая пробирку вверх-вниз (не взбалтывать!). Если процедура фильтрования протекает очень медленно, допускается перенести экстракт сразу в пробирку, довести до метки изоамиловым спиртом, перемешать и добавить в пробирку сульфат натрия для осушения экстракта.

11.2.2 Окраска экстракта неустойчива, поэтому измерение оптической плотности нужно проводить строго по времени, отсчитывая 15-20 мин с момента экстракции. До измерения экстракт следует держать в темном месте.

11.2.3 Измеряют оптическую плотность экстракта на фотометре или спектрофотометре с непрерывной разверткой спектра при 550 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами, при 540 нм) в кювете с толщиной слоя 2 см относительно бидистиллированной воды.

11.3 Устранение мешающих влияний

Выполнению измерений массовой концентрации хрома общего экстракционно-фотометрическим методом мешает железо в концентрациях, превышающих 1 мг/дм^3. При выполнении прямых фотометрических измерений в водном растворе мешающее влияние железа начинается при концентрации свыше 2 мг/дм^3. В присутствии железа результат измерений оказывается завышенным. Учет мешающего влияния железа при концен-

трации последнего в диапазоне от 1 до 10 мг/дм^3 производится в соответствии с формулами (5) - (7). При концентрации железа более 10 мг/дм^3 выполнять измерения массовой концентрации хрома общего по настоящей методике не следует.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 По соответствующей градуировочной зависимости находят массовую концентрацию хрома общего в анализируемой пробе воды X_1, мкг/дм^3, отвечающую полученному значению оптической плотности.

Массовую концентрацию хрома общего X_2, мкг/дм^3 при выполнении измерений в разбавленной пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{V}, \qquad (3)$$

где V – объем аликвоты пробы воды, взятый для разбавления, см^3.

12.2 Если концентрация железа в пробе воды превышает 1 мг/дм^3 при экстракционно-фотометрическом определении или 2 мг/дм^3 при фотометрическом (но не более 10 мг/дм^3), то расчет массовой концентрации хрома общего X_3, мкг/дм^3 производят по формуле

$$X_3 = X_1 - X_1 \cdot b, \qquad (4)$$

где b – поправочный коэффициент, учитывающий мешающее влияние железа.

Коэффициент b рассчитывают:

- при выполнении измерений в водном растворе по формуле

$$b = 0{,}032 \cdot C_Ж, \qquad (5)$$

- при выполнении измерений с экстракционным концентрированием при концентрации железа свыше 1 до 2 мг/дм^3 включительно по формуле

$$b = 0{,}3 \cdot C_Ж - 0{,}2, \qquad (6)$$

- при концентрации железа свыше 2 мг/дм^3 по формуле

$$b = 0{,}045 \cdot C_Ж + 0{,}3, \qquad (7)$$

где $C_Ж$ - массовая концентрация железа в анализируемой пробе воды, мг/дм^3.

12.3 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3 \quad (P = 0,95), \qquad (8)$$

где X - массовая концентрация хрома общего в анализируемой пробе воды ($X = X_1, X_2, X_3$);

$\pm \Delta$ - границы характеристик погрешности результата измерения для данной массовой концентрации хрома общего (таблица 1), мкг/дм^3.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности; характеристика погрешности не должна содержать более 2-х значащих цифр.

12.4 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_л \ (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (9)$$

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

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

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

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

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

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности погрешности).

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

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.2.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К. Для введения добавок используют ГСО или аттестованный раствор дихромата калия (см. приложение А).

13.2.2 Результат контрольной процедуры $К_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = |X' - X - С_д| , \qquad (10)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации хрома общего в пробе с известной добавкой, мкг/дм^3;

$С_д$ – массовая концентрация добавки хрома общего, мкг/дм^3.

13.2.3 Норматив контроля погрешности К, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\Delta^2_{л_{X'}} + \Delta^2_{л_X}} , \qquad (11)$$

где $\Delta_{л_{X'}}$ и $\Delta_{л_X}$ – значения характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации хрома общего в пробе с добавкой и рабочей пробе, мкг/дм^3.

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

13.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|К_к| \le К , \qquad (12)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют с другой пробой воды. При повторном невыполнении условия (12), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R. 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

$$R = 2{,}77 \cdot \sigma_R. \qquad (13)$$

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

14.3 Проверку приемлемости проводят при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов хрома общего АР1-Cr, АР2-Cr, АР3-Cr

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов хрома общего, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля погрешности результатов измерений массовой концентрации хрома общего в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов хрома общего

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованных растворов		
	АР1-Cr	АР2-Cr	АР3-Cr
Аттестованное значение массовой концентрации хрома общего, мг/дм^3	100,0	5,00	1,00
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации хрома общего, мг/дм^3, (Р=0,95)	±0,2	±0,03	±0,01

А. 3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 100 см^3 – 2 шт., 500 см^3 – 1 шт.

А.3.3 Пипетка с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью 5 см^3 – 1 шт.

А.3.4 Пипетка градуированная 2-го класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью 1 см^3 – 1 шт.

А.3.5 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82 .

А.3.6 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

А.3.7 Шпатель по ГОСТ 9147-80.

А.3.8 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 100 мм или 190 мм по ГОСТ 25336-82.

А.3.9 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А.3.10 Хлорид кальция обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч. (для эксикатора).

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Калий двухромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220-75, х.ч. с содержанием основного вещества $K_2Cr_2O_7$ не менее 99,9 %.

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.4.3 Вода бидистиллированная.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

А.5.1 Для приготовления аттестованного раствора АР1-Cr взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 0,1413-0,1416 г *дихромата калия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при* температуре 105-110 °С в течение 1 ч и охлажденного до комнатной температуры в эксикаторе над хлоридом кальция. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в бидистиллированной воде, доводят объём раствора до метки и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию хрома общего 100,0 $мг/дм^3$.

А.5.2 Для приготовления аттестованного раствора АР2-Cr пипеткой с одной отметкой отбирают 5 $см^3$ раствора АР1-Cr, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор переносят в темную склянку с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию хрома общего 5,00 $мг/дм^3$.

А.5.3 Для приготовления аттестованного раствора АР3- Cr градуированной пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ раствора АР1-Cr, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Раствор переносят в темную склянку с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию хрома общего 1,00 $мг/дм^3$.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации хрома общего C_1, мг/дм^3 в растворе АР1-Cr рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{1000 \cdot m \cdot 1000 \cdot 2 \cdot 52{,}00}{V \cdot 294{,}17}, \qquad (А.1)$$

где m – масса навески дихромата калия, г;

52,00 - молярная масса хрома, г/моль;

V - вместимость мерной колбы, см^3;

294,17 - молярная масса дихромата калия, г/моль.

А.6.2 Аттестованное значение массовой концентрации хрома общего C_2, мг/дм^3 в растворе АР2-Cr рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C}{20}. \qquad (А.2)$$

где 20 – отношение объема аттестованного раствора АР1-Cr, отбираемого пипеткой, к объему мерной колбы.

А.6.3 Аттестованное значение массовой концентрации хрома общего в растворе АР3-Cr C_2, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C}{100}. \qquad (А.3)$$

где 100 – отношение объема аттестованного раствора АР2-Cr, отбираемого пипеткой, к объему мерной колбы.

А.6.4 Расчет значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Cr Δ_1, мг/дм^3 выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \qquad (А.4)$$

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

μ - массовая доля основного вещества (дихромата калия) в реактиве, 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-Cr

$$\Delta_1 = 100\sqrt{(\frac{0,1}{99,9})^2 + (\frac{0,0002}{0,1414})^2 + (\frac{0,4}{500})^2} = 0,19 \text{ мг/дм}^3$$

А.6.5 Расчет значений погрешности приготовления аттестованных растворов АР2-Cr (Δ_2) и АР3-Cr (Δ_3) с массовой концентрацией хрома общего 5,00 и 1,00 $мг/дм^3$, соответственно, выполняют по формуле

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{(\frac{\Delta}{C})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_i}}{V_i})^2}, \qquad (A.5)$$

где C_i - приписанное растворам АР2-Cr, АР3-Cr i-ое (i=2,3) значение массовой концентрации хрома общего, $мг/дм^3$;

V_1 - вместимость мерной колбы, $см^3$;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, $см^3$.

V_i - i-ое значение номинального объема раствора, отбираемого пипеткой, $см^3$;

Δ_{V_i} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, $см^3$.

Значение погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Cr

$$\Delta_2 = 5 \cdot \sqrt{(\frac{0,19}{100})^2 + (\frac{0,2}{100})^2 + (\frac{0,03}{5})^2} = 0,033 \text{ мг/дм}^3.$$

Значение погрешности приготовления аттестованного раствора АР3-Cr

$$\Delta_3 = 1,0 \cdot \sqrt{(\frac{0,19}{100})^2 + (\frac{0,2}{100})^2 + (\frac{0,01}{1})^2} = 0,010 \text{ мг/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

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

А.8 Требования к квалификации операторов

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

А.9 Требования к маркировке

На склянку с аттестованным раствором должна быть наклеена этикетка с указанием условного обозначения раствора, величины массовой концентрации хрома общего, погрешности ее установления и даты приготовления раствора.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-Cr, следует хранить в холодильнике в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 1 мес.

Аттестованные растворы АР2-Cr и АР3-Cr хранению не подлежат.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

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

Факс: (8632) 22-44-70
Телефон (8632) 22-66-68

gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений **№ 176.24-2009**

Методика выполнения измерений массовой концентрации хрома общего в водах фотометрическим методом с дифенилкарбазидом,

разработанная Государственным учреждением Гидрохимический институт (ГУ ГХИ)

и регламентированная РД 52.24.522-2009 Массовая концентрация хрома общего в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с дифенилкарбазидом,

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

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

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

Диапазон измерений массовой концентрации хрома общего X, мкг/дм^3	Показатель повторяемос-ти (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
Экстракционно-фотометрическое измерение				
От 2,0 до 10,0 включ.	0,2+0,046·X	0,4+0,10·X	0,2+0,052·X	0,8+0,21·X
Св. 10,0 до 30,0 включ.	0,6	0,8+0,068·X	0,4+0,037·X	1,6+0,14·X
Фотометрическое измерение				
От 10 до 20 включ.	1	1	2	4
Св. 20 до 150 включ.	1	2	3	6

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

Диапазон измерений массовой концентрации хрома общего X, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, мкг/дм^3
Экстракционно-фотометрическое измерение		
От 2,00 до 10,0 включ.	0,6+0,13·X	1,1+0,28·X
Св. 10,0 до 30,0 включ.	1,7	2,2+0,19·X
Фотометрическое измерение		
От 10 до 20 включ.	3	3
Св. 20 до 150 включ.	3	6

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 погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.522-2009.

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

Дата выдачи свидетельства 22 апреля 2009 г.



Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru