**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (РОСГИДРОМЕТ)**

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

**РД 52.24.365-2008**

# МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НАТРИЯ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИОНСЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Ростов-на-Дону
2008

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Гидрохимический институт»

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук, Н.С. Тамбиева

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА и НПО «Тайфун» Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Заместителем Руководителя Росгидромета 23.01.2008.

5 АТТЕСТОВАН ГУ «Гидрохимический институт» свидетельство об аттестации № 14.24-2007 от 7.11.07 г.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.24.365-2008 08.02.2008 г.

7 ВЗАМЕН РД 52.24.365-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации натрия в водах потенциометрическим методом с ионселективным электродом»

© ГУ ГХИ, 2008

## 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 ..... 4
5 Метод измерения ..... 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды ..... 5
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 Подготовка иономера, измерительного и вспомогательного электродов к работе ..... 10
10.4 Установление градуировочных зависимостей ..... 10
10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики ..... 12
11 Выполнение измерений ..... 13
12 Вычисление и оформление результатов измерений ..... 14
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории ..... 15
13.1 Общие положения ..... 15
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости ..... 15
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб ..... 16
13.4 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок ..... 18
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости ..... 19
Приложение А (обязательное) Методика приготовления аттестованного раствора натрия ..... 20
Приложение Б (справочное) Пересчет значений pNa в массовую концентрацию натрия ..... 24

## Введение

Натрий является одним из главных компонентов химического состава природных вод и по распространённости среди катионов стоит на первом месте, составляя больше половины их общего содержания.

Основными источниками поступления натрия в поверхностные воды суши являются изверженные, осадочные породы и самородные растворимые хлористые (галит, сильвинит) и сернокислые (мирабилит) соли натрия. Кроме того, натрий поступает в природные воды с хозяйственно-бытовыми и промышленными сточными водами и с водами, сбрасываемыми с орошаемых полей. Источником его также могут быть засоленные почвы, из которых он вымывается атмосферными осадками. Большое значение имеют и биологические процессы, протекающие на водосборе, в результате которых образуются растворимые соединения натрия.

Натрий обладает высокой миграционной способностью, что обусловлено хорошей растворимостью его соединений в воде, слабо выраженной способностью к сорбции взвесями и донными отложениями. В поверхностных водах натрий мигрирует преимущественно в растворённом состоянии в виде иона. Концентрация его в речных водах колеблется от первых единиц до сотен миллиграммов в кубическом дециметре в зависимости от физико-географических условий и геологических особенностей бассейнов водных объектов. Обычно в поверхностных водах суши концентрация натрия не превышает 300 мг/дм$^3$, но в некоторых случаях может достигать граммов в кубическом дециметре (например, в солёных озерах, небольших реках засушливых регионов с преимущественно подземным питанием).

В подземных водах концентрация натрия колеблется в более широких пределах - от миллиграммов до граммов и десятков граммов в кубическом дециметре. Это определяется составом водовмещающих пород, глубиной залегания подземных вод и другими условиями.

Внутригодовые изменения концентрации хлоридов в поверхностных водах суши связаны, в основном, с гидрологическим режимом водных объектов.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения предельно-допустимая концентрация (ПДК) натрия составляет 120 мг/дм$^3$; для объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения ПДК равна 200 мг/дм$^3$.

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

# МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НАТРИЯ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИОНСЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Дата введения 2008-03-03

## 1 Область применения

1 1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации натрия в природных и очищенных сточных водах в диапазоне от 0,23 до 2300 мг/дм$^3$ потенциометрическим методом с ионселективным электродом

При анализе проб воды с массовой концентрацией натрия, превышающей 2300 мг/дм$^3$, допускается выполнение измерений после разбавления пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы массовая концентрация натрия в разбавленной пробе находилась в пределах указанного выше диапазона измеряемых концентраций

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 натрия, X, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$, мг/дм$^3$ | Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R$, мг/дм$^3$ | Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм$^3$ | Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм$^3$ |
|---|---|---|---|---|
| От 0,23 до 2,30 включ. | 0,01 + 0,037 ·X | 0,03 + 0,083 ·X | 0,04 + 0,029·X | 0,07 + 0,16·X |
| Св. 2,3 до 2300 включ. | 0,037 ·X | 0,1 + 0,066 ·X | 0,025·X | 0,4 + 0,13·X |

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией натрия свыше 2300 мг/дм$^3$ после соответствующего разбавления погрешность измерений массовой концентрации натрия в исходной пробе $\pm\Delta$ находят по формуле

$$\pm\Delta=(\pm\Delta_1)\cdot\eta; \quad (1)$$

где $\pm\Delta_1$ - показатель точности измерения массовой концентрации натрия в разбавленной пробе, рассчитанный по уравнению таблицы 1;

$\eta$ - степень разбавления.

Предел обнаружения натрия потенциометрическим методом равен 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 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

### 4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Иономер любого типа или pH-метр, работающий в режиме милливольтметра, снабжённый магнитной мешалкой (например, И-500, ТУ 4215-002-18294344-02; «Экотест-2000», ТУ 4215-005-41541647-99 и др.).

4.1.2 Электрод измерительный ЭСЛ-51-07, ТУ 25-05.1744-77, ЭС-10-07, ТУ 25-0519.072-86, или другого типа с аналогичными характеристиками.

4.1.3 Электрод вспомогательный хлорсеребрянный ЭВЛ-1М3, ТУ 25.05.2181-77 с минимальной скоростью истечения раствора хлорида калия через ключ (не более 1,0 см$^3$ в сутки) или другого типа с аналогичными характеристиками.

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

4.1.5 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4.1.6 Термометр с диапазоном измерения температур от 0 °С до 50 °С и ценой деления не более 0,5 °С, по ГОСТ 29224-91.

4.1.7 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 $см^3$ - 9 шт., 200 $см^3$ - 4 шт., 500 $см^3$ - 1 шт.

4.1.8 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью 1 $см^3$ - 1 шт., 2 $см^3$ - 2 шт., 5 $см^3$ - 3 шт.

4.1.9 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2, по ГОСТ 29169-91 вместимостью 5 $см^3$ - 3 шт., 10 $см^3$ - 1 шт., 20 $см^3$ - 3 шт., 25 $см^3$ - 1 шт.

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

4.1.11 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 $см^3$ - 30 шт., 250 $см^3$ - 2 шт., 600 $см^3$ - 1 шт., 1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.12 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82 – 1 шт.

4.1.13 Воронки лабораторные, тип В по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм - 2 шт.

4.1.14 Чашка выпарительная № 2 по ГОСТ 9147-80.

4.1.15 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 140 мм или 190 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.16 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 0,1; 0,25; 1 $дм^3$.

4.1.17 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

4.1.18 Шкаф сушильный общелабораторного назначения с диапазоном температур до 300 °С.

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 Калий хлористый (хлорид калия) по ГОСТ 4234-77, х.ч.

4.2.3 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, х.ч.

4.2.4 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

4.2.5 Кальций углекислый (кальция карбонат) по ГОСТ 4530-76, х.ч. или кальция хлорид импортный с содержанием натрия не более 0,01%.

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

4.2.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

4.2.8 Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026-76.

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

## 5 Метод измерения

Выполнение измерений основано на изменении потенциала ионселективного электрода в зависимости от активности ионов натрия в растворе. Измерения проводят в присутствии аммиака и индифферентного электролита (хлорида кальция), поддерживающих в анализируемом растворе определенное значение pH и ионной силы, что позволяет градуировать прибор в единицах концентрации, а не активности ионов натрия. Концентрацию натрия в пробе находят, исходя из градуировочной зависимости величины электродного потенциала от значения обратного логарифма активности (концентрации) ионов натрия (pNa).

## 6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации натрия 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 к 3, 4 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 Особых требований по экологической безопасности не предъявляется.

## 7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее года и освоившие методику анализа.

## 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 натрия 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 помещают в плотно закрывающуюся полиэтиленовую или полипропиленовую посуду. Мутные пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в дистиллированной воде, или бумажный фильтр «синяя лента». Первые порции фильтрата отбрасывают. Объем отбираемой пробы не менее 100 $см^3$.

## 10 Подготовка к выполнению измерений

### 10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор хлорида кальция, 1 моль/дм$^3$

10.1.1.1 При наличии в лаборатории хлорида кальция необходимой степени чистоты, взвешивают в химическом стакане вместимостью 250 см$^3$ 110 г хлорида кальция 6-водного или 56 г безводного и растворяют в дистиллированной воде. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки на колбе и перемешивают.

10.1.1.2 Для приготовления раствора из карбоната кальция взвешивают в химическом стакане вместимостью 600 см$^3$ 50 г карбоната кальция, смачивают его 60-80 см$^3$ дистиллированной воды и медленно (вначале - по каплям) приливают при перемешивании 90 см$^3$ соляной кислоты. Выдерживают до растворения карбоната и проверяют pH универсальной индикаторной бумагой. Значение pH должно быть в пределах от 5 до 7. Если в полученном растворе pH оказался ниже 5, следует добавить несколько капель аммиака до получения требуемого значения pH. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки на колбе и перемешивают.

10.1.1.3 Хранят раствор хлорида кальция в плотно закрытой полиэтиленовой или полипропиленовой посуде.

10.1.2 Раствора аммиака 0,1 моль/дм$^3$

В стакан вместимостью 1000 см$^3$ помещают 500 см$^3$ дистиллированной воды, приливают пипеткой 3,8 см$^3$ аммиака водного и перемешивают. Хранят раствор в плотно закрытой полиэтиленовой или полипропиленовой посуде.

10.1.3 Насыщенный раствор хлорида калия

В 140 см$^3$ дистиллированной воды при температуре 50-60 °С растворяют 60 г хлорида калия. После охлаждения используют раствор над осадком для заполнения вспомогательного электрода.

### 10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из аттестованного раствора с массовой концентрацией натрия 22,99 г/дм$^3$ (молярной концентрацией 1,000 моль/дм$^3$). Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.2.2 Для приготовления градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 см$^3$ аттестованного раствора с молярной концентрацией 1,000 моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 1,00.

10.2.3 Для приготовления градуировочного раствора № 2 с молярной концентрацией натрия $2{,}50 \cdot 10^{-2}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 25,0 см$^3$ градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 1,60.

10.2.4 Для приготовления градуировочного раствора № 3 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 см$^3$ градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 2,00.

10.2.5 Для приготовления градуировочного раствора № 4 с молярной концентрацией натрия $5{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 5,00 см$^3$ градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 2,30.

10.2.6 Для приготовления градуировочного раствора № 5 с молярной концентрацией натрия $2{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 см$^3$ градуировочного раствора № 3 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и

перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 2,70.

10.2.7 Для приготовления градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 см$^3$ градуировочного раствора № 3 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 3,00.

10.2.8 Для приготовления градуировочного раствора № 7 с молярной концентрацией натрия $5{,}00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 5,00 см$^3$ градуировочного раствора № 3 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 3,30.

10.2.9 Для приготовления градуировочного раствора № 8 с молярной концентрацией натрия $2{,}00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 20,00 см$^3$ градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 3,70.

10.2.10 Для приготовления градуировочного раствора № 9 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 10,00 см$^3$ градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 4,00.

10.2.11 Для приготовления градуировочного раствора № 10 с молярной концентрацией натрия $5{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм$^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 5,00 см$^3$ градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 4,30.

10.2.12 Для приготовления градуировочного раствора № 11 с молярной концентрацией натрия $2{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм$^3$ отбирают градуированной пипеткой 2,00 см$^3$ градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 4,70.

10.2.13 Для приготовления градуировочного раствора № 12 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм$^3$ отбирают градуированной пипеткой 1,00 см$^3$ градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм$^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pNa равную 5,00.

10.2.14 Градуировочные растворы натрия хранят в полиэтиленовой или полипропиленовой посуде с плотно закрывающейся пробкой. Градуировочные растворы № 1- 3 хранят не более 3 мес., растворы № 4 - 6 - не более мес., № 7-12 не более недели.

### 10.3 Подготовка иономера, измерительного и вспомогательного электродов к работе

Подготовку иономера, измерительного и вспомогательного электродов к работе осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации или паспортом.

Вспомогательный электрод хранят в насыщенном растворе хлорида калия.

Измерительный электрод между измерениями следует хранить в растворе с молярной концентрацией натрия $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ моль/дм$^3$, не допуская высыхания мембраны электрода. Перед выполнением измерений электрод выдерживают в дистиллированной воде в течение часа.

### 10.4 Установление градуировочных зависимостей

10.4.1 Для установления градуировочных зависимостей в диапазоне pNa от 2,70 до 5,00 в три стакана вместимостью 50 см$^3$ мерным цилиндром вместимостью 50 см$^3$ вносят по 30 см$^3$ каждого из градуировоч-

ных растворов № 5 -12, добавляют в каждый стакан по 2,0 $см^3$ раствора хлорида кальция, 1 моль/$дм^3$, и 1,0 $см^3$ раствора аммиака, 0,1 моль/$дм^3$.

10.4.2 Для установления градуировочных зависимостей в диапазоне pNa от 1,00 до 2,70 в три стакана вместимостью 50 $см^3$ мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ вносят по 30 $см^3$ каждого из градуировочных растворов № 1 - 5, добавляют в каждый стакан по 4,0 $см^3$ раствора хлорида кальция, 1 моль/$дм^3$, и 1,0 $см^3$ раствора аммиака, 0,1 моль/$дм^3$.

10.4.3 Один из трех стаканов устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор перемешивающий элемент, измерительный и вспомогательный электроды, включают мешалку и перемешивают раствор в течение 3 мин. Затем этот стакан убирают (не регистрируя значение потенциала), помещают на мешалку стакан со второй аликвотой этого же градуировочного раствора, погружают в раствор перемешивающий элемент, измерительный и вспомогательный электроды, включают мешалку и после установления постоянного значения потенциала записывают показания иономера. Повторяют измерение с третьей аликвотой этого градуировочного раствора.

10.4.4 Измерения проводят, начиная от меньшей концентрации натрия (pNa = 5,00) к большей (pNa =1,00). За результат принимают среднее арифметическое двух измерений. Градуировочные зависимости для диапазонов pNa от 5,00 до 4,00 включительно, от 4,00 до 2,70 включительно и от 2, 70 до 1,00 включительно рассчитывают методом наименьших квадратов в координатах: значения pNa градуировочных растворов (отрицательный логарифм молярной концентрации натрия - $lg[Na^+]$) - соответствующие им значения потенциала в милливольтах. Одновременно измеряют и записывают температуру градуировочных растворов. Разница в температуре для разных градуировочных растворов не должна составлять более 1 °С.

10.4.5 Градуировочные зависимости устанавливают перед каждой серией измерений массовой концентрации натрия в пробах воды, а также при замене измерительного и (или) вспомогательного электродов.

Допускается устанавливать градуировочные зависимости для одного или двух диапазонов pNa, если в анализируемых пробах воды концентрация натрия не выходит за их пределы.

10.4.6 Если руководством по эксплуатации прибора предусмотрен иной способ установления градуировочной зависимости (градуировки), то допускается устанавливать её в соответствии с руководством по экс-

плуатации данного прибора для каждого из диапазонов, указанных в 10.4.4. Установление одной градуировочной зависимости для всего диапазона измеряемых концентраций не допускается.

В том случае, когда градуировочные зависимости для конкретного прибора устанавливают по меньшему числу градуировочных растворов, чем предусмотрено в 10.4.1 и 10.4.2, после их установления следует выполнить контроль стабильности градуировочных характеристик в соответствии с 10.5.

### 10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.5.1 Средствами контроля являются градуировочные растворы № 1-12 по 10.2 (не менее 2-х растворов для каждого диапазона). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении условия

$$|X - C_m| \le \sigma_R, \qquad (2)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации натрия в градуировочном растворе, мг/дм$^3$;

$C_m$ – приписанное значение массовой концентрации натрия в градуировочном растворе, мг/дм$^3$;

$\sigma_R$ – показатель воспроизводимости для концентрации С, мг/дм$^3$ (таблица 1).

10.5.2 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 (1), устанавливают новую градировочную зависимость, либо проводят измерения в режиме милливольтметра и устанавливают градуировочные зависимости согласно 10.4.1 – 10.4.4.

## 11 Выполнение измерений

11.1 В три стакана вместимостью 50 $см^3$ вносят мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ по 30 $см^3$ анализируемой пробы, добавляют в каждый стакан по 2,0 $см^3$ раствора хлорида кальция, 1 моль/$дм^3$, и 1,0 $см^3$ раствора аммиака, 0,1 моль/$дм^3$.

Один из трех стаканов устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор перемешивающий элемент, измерительный и вспомогательный электроды, включают мешалку и перемешивают пробу в течение 3 мин. Затем этот стакан убирают (не регистрируя значение потенциала), помещают на мешалку стакан со второй аликвотой пробы, погружают в раствор перемешивающий элемент, измерительный и вспомогательный электроды, включают мешалку и после установления постоянного значения потенциала записывают показания иономера. Повторяют измерение с третьей аликвотой пробы. По окончании измерения электроды отмывают дистиллированной водой. Отмывание электродов происходит достаточно быстро при её трехкратной замене. Остатки воды с поверхности электрода удаляют фильтровальной бумагой.

Температура анализируемых проб не должна отличаться от температуры градуировочных растворов более, чем на ±1 °С.

11.2 Если величина измеренного потенциала ниже, чем потенциал соответствующий значению pNa 2,70 градуировочной зависимости, повторяют измерения, добавляя в пробу 4,0 $см^3$ раствора хлорида кальция, 1 моль/$дм^3$, и 1,0 $см^3$ раствора аммиака, 0,1 моль/$дм^3$.

11.3 Выполнению измерений натрия с ионселективным электродом могут мешать высокие концентрации калия (30-кратный избыток по отношению к натрию), магния (10-кратный избыток), лития (концентрации, превышающие концентрацию натрия), однако для природных и очищенных сточных вод такие мешающие влияния маловероятны.

Наиболее существенное влияние на результаты измерения натрия оказывает концентрация ионов водорода (pH среды). Для получения правильных результатов разность (pH – pNa) должна быть более 3, что достигается подщелачиванием анализируемых проб раствором аммиака.

## 12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Значения pNa в анализируемых пробах воды находят по соответствующей градуировочной зависимости. Массовую концентрацию натрия X, мг/дм$^3$, рассчитывают по следующим соотношениям:

$$pNa = -\lg [Na^+]; \ [Na^+] = 10^{-pNa}, \text{ моль/дм}^3;$$
$$X = 10^{-pNa} \cdot 22{,}99 \cdot 10^3 \text{ мг/дм}^3 \quad (3)$$

или находят по таблице Б.1 (см. приложение Б) для значений pNa в диапазоне от 3,00 до 4,00 включ. Массовую концентрацию натрия в мг/дм$^3$ для значений pNa от 2,00 до 3,00 включ. и от 1,00 до 2,00 включ. получают, увеличивая табличные значения в диапазоне от 3,00 до 4,00 включ., имеющие одинаковые значения дробной части, в 10 и в 100 раз, соответственно, а для значений pNa от 4,00 до 5,00 - уменьшая в 10 раз.

Например, pNa 3,10 соответствует 18,2 мг/дм$^3$ ионов натрия, pNa 2,10 – 182 мг/дм$^3$, pNa 4,10 – 1,82 мг/дм$^3$.

При использовании для выполнения измерений иономера, имеющего программу обработки данных, значение массовой концентрации натрия считывают непосредственно с дисплея.

12.2 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \ (P = 0{,}95), \quad (4)$$

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости $r_п$ ($2{,}771 \cdot \sigma_r$); при превышении предела повторяемости следует поступать в соответствии с 13.2.

$\pm\Delta$ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации натрия (таблица 1).

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

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_л \; P=0,95, \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (5)$$

где $\pm\Delta_л$ – границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений.

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

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

### 13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на три части, и выполняют измерения в соответствии с разделом 11.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мг/дм$^3$, рассчитывают по формуле

$$r_к = \left| X_1 - X_2 \right|, \quad (6)$$

где $X_1$, $X_2$ – результаты единичных измерений массовой концентрации натрия в пробе, мг/дм$^3$.

13.2.3 Предел повторяемости $r_п$, мг/дм$^3$, рассчитывают по формуле

$$r_п = 2{,}77 \cdot \sigma_r, \quad (7)$$

где $\sigma_r$ – показатель повторяемости, мг/дм$^3$ (таблица 1).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \leq r_п. \quad (8)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (8) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля равным $3{,}6 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

### 13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб

13.3.1 Оперативный контроль процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления пробы проводят, если массовая концентрация натрия в рабочей пробе составляет 1,0 мг/дм$^3$ и более. В противном случае оперативный контроль проводят с использованием метода добавок согласно 13.4. Для введения добавок используют аттестованный раствор натрия (см. приложение А).

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

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

$$К_к = \overline{X}'' + (\eta - 1) \cdot \overline{X}' - \overline{X} - С, \quad (9)$$

где $\overline{X}''$ - среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации натрия в пробе, разбавленной в $\eta$ раз, с известной добавкой, мг/дм$^3$;

$\overline{X}'$ - среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации натрия в пробе, разбавленной в $\eta$ раз, мг/дм$^3$;

$\overline{X}$ - среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации натрия в рабочей пробе, мг/дм$^3$;

С - концентрация добавки, мг/дм$^3$.

13.3.4 Норматив контроля $К_л$, мг/дм$^3$, рассчитывают по формуле

$$К_л = \sqrt{\Delta_{л_{X''}}^2 + (\eta - 1)^2 \Delta_{л_{X'}}^2 + \Delta_{л_X}^2}, \quad (10)$$

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

Примечание – Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_{л_{X''}} = 0{,}84 \cdot \Delta_{X''}$, $\Delta_{л_{X'}} = 0{,}84 \cdot \Delta_{X'}$ и $\Delta_{л_X} = 0{,}84 \cdot \Delta_X$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

13.3.5 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$| К_{к_1} | \le К_1, \quad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

### 13.4 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.4.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

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

$$К_{к_2} = \overline{X}''' - \overline{X} - С \qquad (12)$$

где $\overline{X}'''$ – среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации натрия в пробе с известной добавкой, мг/дм$^3$.

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

$$К_2 = \sqrt{\Delta^2_{л_{X''}} + \Delta^2_{л_X}}, \qquad (13)$$

где $\Delta_{л_{X''}}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и соответствующее массовой концентрации натрия в пробе с известной добавкой, мг/дм$^3$.

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

13.4.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$| K_{к_2} | \leq K_2, \qquad (14)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14), 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

$$R = 2{,}77 \cdot \sigma_R. \qquad (15)$$

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

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

## Приложение А
(обязательное)

## Методика приготовления аттестованного раствора натрия

### А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованного раствора натрия, предназначенного для установления градуировочных характеристик иономера и контроля точности результатов измерений массовой концентрации натрия в природных и очищенных сточных водах потенциометрическим методом.

### А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованного раствора приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованного раствора АР1-Na

| Наименование характеристики | | Значение характеристики для аттестованного раствора АР1-Na |
|---|---|---|
| Аттестованное значение концентрации натрия | массовой, г/дм$^3$ | 22,99 |
| | молярной, моль/дм$^3$ | 1,000 |
| Границы погрешности аттестованного значения концентрации натрия (Р=0,95) | массовой, г/дм$^3$ | 0,04 |
| | молярной, моль/дм$^3$ | 0,002 |

### А. 3 Средства измерений, вспомогательные устройства

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

А.3.2 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью 200 см$^3$ – 1 шт.

А.3.3 Стаканчик для взвешивания (бюкс) по ГОСТ 25336-82 СВ-24/10 .

А.3.4 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

А.3.5 Чашка выпарительная № 2 по ГОСТ 9147-80.

А.3.6 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82, заполненный обезвоженным хлоридом кальция.

А.3.7 Шкаф сушильный общелабораторного назначения с диапазоном температур до 300 °С.

### А.4 Исходные компоненты аттестованного раствора

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 аттестованного раствора натрия АР1-Na

Для приготовления аттестованного раствора АР1-Na взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 11,6880 г хлорида натрия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре от 250 °С до 270 °С в течение 2 ч. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят объём раствора до метки и перемешивают.

Полученному раствору приписывают молярную концентрацию натрия 1,000 моль/$дм^3$ и массовую концентрацию 22,99 мг/$см^3$ (г/$дм^3$).

### А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР1-Na

А.6.1 Аттестованное значение молярной концентрации натрия $M_1$, моль/$дм^3$, и массовой концентрации $C_1$, мг/$см^3$ (г/$дм^3$), рассчитывают по формулам

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

$$C_1 = \frac{m \cdot 22{,}99 \cdot 1000}{V \cdot 58{,}44}\ , \qquad \text{(А. 2)}$$

где m – масса навески хлорида натрия, г;

V - вместимость мерной колбы, $см^3$.

22,99 и 58,44 - молярная масса иона натрия и хлорида натрия, соответственно, г/моль.

А.6.2 Расчет значений границ погрешности приготовления аттестованного раствора $\Delta_{C1}$, $г/дм^3$, или $\Delta_{M1}$, $моль/дм^3$, выполняют по формулам

$$\Delta_{C1} = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}\ , \quad \Delta_{1M} = M_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2} \qquad \text{(А.3)}$$

где $\Delta_\mu$ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества (NaCl) в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ – массовая доля основного вещества (NaCl) в реактиве, приписанная реактиву квалификации «х.ч.», %;

$\Delta_m$ - погрешность взвешивания, г;

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

А.6.3 Погрешности приготовления аттестованного раствора АР1- Na равны

$$\Delta_{C1} = 22{,}99 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}1}{100})^2 + (\frac{0{,}0006}{11{,}689})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}041 \ \ г/дм^3,$$

и $$\Delta_{M1} = 1{,}000 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}1}{100})^2 + (\frac{0{,}0006}{11{,}689})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}0018 \ моль/дм^3$$

### 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 и молярной концентрации натрия, погрешности ее установления и даты приготовления раствора.

### А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор следует хранить в герметично закрытой полиэтиленовой или полипропиленовой посуде при комнатной температуре не более 6 мес.

## Приложение Б
(справочное)

## Пересчет значений pNa в массовую концентрацию натрия

Таблица Б.1

| pNa | X, мг/дм$^3$ | pNa | X, мг/дм$^3$ | pNa | X, мг/дм$^3$ | pNa | X, мг/дм$^3$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 3,00 | 23,0 | 3,26 | 12,6 | 3,51 | 7,10 | 3,76 | 4,00 |
| 3,01 | 22,5 | 3,27 | 12,3 | 3,52 | 6,94 | 3,77 | 3,90 |
| 3,02 | 22,0 | 3,28 | 12,1 | 3,53 | 6,78 | 3,78 | 3,82 |
| 3,03 | 21,5 | 3,29 | 11,8 | 3,54 | 6,63 | 3,79 | 3,73 |
| 3,04 | 21,0 | 3,30 | 11,5 | 3,55 | 6,48 | 3,80 | 3,64 |
| 3,05 | 20,5 | 3,31 | 11,3 | 3,56 | 6,33 | 3,81 | 3,56 |
| 3,06 | 20,0 | 3,32 | 11,0 | 3,57 | 6,19 | 3,82 | 3,48 |
| 3,07 | 19,6 | 3,33 | 10,7 | 3,58 | 6,05 | 3,83 | 3,40 |
| 3,08 | 19,1 | 3,34 | 10,5 | 3,59 | 5,91 | 3,84 | 3,32 |
| 3,09 | 18,7 | 3,35 | 10,3 | 3,60 | 5,77 | 3,85 | 3,25 |
| 3,10 | 18,3 | 3,36 | 10,0 | 3,61 | 5,64 | 3,86 | 3,17 |
| 3,11 | 17,8 | 3,37 | 9,81 | 3,62 | 5,51 | 3,87 | 3,10 |
| 3,12 | 17,4 | 3,38 | 9,58 | 3,63 | 5,39 | 3,88 | 3,03 |
| 3,13 | 17,0 | 3,39 | 9,37 | 3,64 | 5,27 | 3,89 | 2,96 |
| 3,14 | 16,7 | 3,40 | 9,15 | 3,65 | 5,15 | 3,90 | 2,89 |
| 3,15 | 16,3 | 3,41 | 8,94 | 3,66 | 5,03 | 3,91 | 2,83 |
| 3,16 | 15,9 | 3,42 | 8,74 | 3,67 | 4,92 | 3,92 | 2,76 |
| 3,17 | 15,5 | 3,43 | 8,54 | 3,68 | 4,80 | 3,93 | 2,70 |
| 3,18 | 15,2 | 3,44 | 8,35 | 3,69 | 4,69 | 3,94 | 2,64 |
| 3,19 | 14,8 | 3,45 | 8,16 | 3,70 | 4,59 | 3,95 | 2,58 |
| 3,20 | 14,5 | 3,46 | 7,97 | 3,71 | 4,48 | 3,96 | 2,52 |
| 3,21 | 14,2 | 3,47 | 7,79 | 3,72 | 4,38 | 3,97 | 2,46 |
| 3,22 | 13,9 | 3,48 | 7,61 | 3,73 | 4,28 | 3,98 | 2,41 |
| 3,23 | 13,5 | 3,49 | 7,44 | 3,74 | 4,18 | 3,99 | 2,35 |
| 3,24 | 13,2 | 3,50 | 7,27 | 3,75 | 4,09 | 4,00 | 2,30 |
| 3,25 | 12,9 | | | | | | |

**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 **№14.24-07**

Методика выполнения измерений массовой концентрации натрия в водах потенциометрическим методом с ионселективным электродом,

разработанная Государственное учреждение «Гидрохимический институт» (ГУ «ГХИ»)

и регламентированная РД 52.24.365-2008. Массовая концентрация натрия в водах. Методика выполнения измерений потенциометрическим методом с ионселективным электродом,

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 натрия, X, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$, мг/дм$^3$ | Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R$, мг/дм$^3$ | Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм$^3$ | Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм$^3$ |
|---|---|---|---|---|
| От 0,23 до 2,30 включ. | 0,01 + 0,037 ·X | 0,03 + 0,083 ·X | 0,04 + 0,029·X | 0,07 + 0,16·X |
| Св. 2,3 до 2300 включ. | 0,037 ·X | 0,1 + 0,066 ·X | 0,025·X | 0,4 + 0,13·X |

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

| Диапазон измерений массовой концентрации натрия, 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 0,23 до 2,30 включ. | 0,03+0,10·X | 0,08+0,23·X |
| Св. 2,3 до 2300 включ. | 0,10·X | 0,3+0,18·X |

При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.365-2008.

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

Дата выдачи свидетельства 7 ноября 2007 г.

Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru