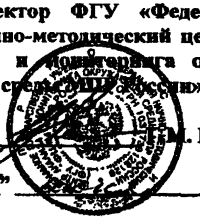
МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды» МПР России



_____ Ю.М. Цветков

"25" _____ 2004 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО АЗОТА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.206-04

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2004 г.

gost.e-ecolog.ru

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для определения азота общего титриметрическим методом в природных и сточных водах.

Диапазон измеряемых концентраций от 1,0 до 200 мг/дм^3.

Если массовая концентрация в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация азота общего соответствовала регламентированному диапазону.

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на восстановлении водородом (в момент выделения) нитратов и нитритов в кислой среде до аммиака и последующей минерализации азотосодержащих органических соединений серной кислотой с сульфатом калия при каталитическом действии сульфата ртути. Этим способом все азотосодержащие соединения переводят в гидросульфат аммония. Минерализованную пробу подщелачивают, отгоняют аммиак и определяют его титрованием. Концентрацию азота общего определяют расчетным путем по п.10.1.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

2.1 Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %
от 1,0 до 200 вкл.	28	10	14

2.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

- Бюретка вместимостью 25, 50 см^3, 2 класса точности по ГОСТ 29251-91.

- Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ 24104-2001.

- Весы технические по ГОСТ 24104-2001.

- Гири по ГОСТ 7328-2001.

- Колбы мерные вместимостью 100, 500, 1000 см^3, 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

- Пипетки градуированные вместимостью 5, 10 $см^3$, 2 класса точности по ГОСТ 29227-91.
- Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 250 $см^3$, 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.
- ГСО с аттестованным содержанием азота общего 7193-95, 7194-95 (для проведения оперативного контроля погрешности МВИ).

3.2 Вспомогательные устройства, посуда

- Электрическая плитка с закрытой спиралью и регулятором температуры, по ГОСТ 14919-83.
- Термометр лабораторный ртутный, по ГОСТ 13646-68, пределы измерения 0-100°С, цена деления 1°С.
- Колбы Кьельдаля со шлифом и втулкой вместимостью 250 - 500 $см^3$ по ГОСТ 25336-82.
- Установка для перегонки дистиллированной воды, состоящая из перегонной колбы, холодильника и приемной колбы.
- Стаканы термостойкие вместимостью 1 $дм^3$по ГОСТ 25336-82.
- Установка для перегонки.

3.3 Материалы и реактивы

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Кислота серная (d=1,84 $г/см^3$) по ГОСТ 4204-77.
- Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.
- Натрий серноватистокислый 5-ти водный по ГОСТ 27068-86.
- Ртуть окись по ГОСТ 5230-74.
- Натрий гидроокись по ГОСТ 4328-77.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

- Фенолфталеин по ГОСТ 5850-72.
- Метиловый красный по ТУ 6-09-4070-75.
- Метиленовый синий по ТУ 6-09-29-76.
- Порошкообразное железо, восстановленное.
- Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75.
- Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86.
- Катионит КУ-2 или СБС по ГОСТ 20298-74.
- Стекловолокно по ГОСТ 10727-74.
- Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181-76.

Примечания. 1. Допускается применять средства измерения, устройства, материалы и реактивы, отличные от указанных выше, но не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

2. Все реактивы должны иметь квалификацию "хч" или "чда".

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4.3 Организация обучения персонала безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5)° С;
- атмосферное давление (97,3-104,6) кПа;
- относительная влажность воздуха до 80 % при температуре 25°;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети (220 ± 22) В.

7 ОТБОР ПРОБ, ИХ КОНСЕРВИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

7.1 Отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".

7.2 Пробы воды отбирают в стеклянные бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы должен быть 0,5 – 1,0 $дм^3$ в зависимости от концентрации азота общего.

7.3 Если пробу нельзя проанализировать в день отбора, то ее консервируют, прибавляя 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты на 1,0 $дм^3$ пробы.

7.4 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа;
- место и время отбора;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА

8.1 Подготовка безаммиачной воды

Дистиллированную воду пропускают через колонку с катионитом КУ-2 или СБС. Предварительно проводят подготовку катионита. Для этого катионит помещают в стакан и заливают дистиллированной водой. На следующий день катионит помещают в стеклянную бюретку вместимостью 50 $см^3$ (в нижнюю часть бюретки предварительно помещают слой стекловолокна толщиной 1-2 см) и промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 15% для освобождения от железа, проверяя наличие последнего по качественной реакции с роданистым аммонием. Подготовка катионита заканчивается промыванием его дистиллированной водой до нейтральной реакции (по индикаторной бумаге). Катионит следует хранить под слоем дистиллированной воды.

Безаммиачную воду также можно получить вторичной перегонкой дистиллированной воды, предварительно подкислив ее 1 $см^3$ разбавленной (1:4) серной кислоты на 1 $дм^3$ и добавив марганцевокислый калий до четко малиновой окраски.

Полученную одним из описанных выше способов воду проверяют на наличие аммиака по качественной реакции с реактивом Несслера и используют для приготовления реактивов.

8.2 Приготовление растворов

Все растворы готовят на безаммиачной воде.

При приготовлении растворов серной кислоты необходимо соблюдать осторожность. Растворы готовят добавлением серной кислоты к воде.

8.2.1 Раствор серной кислоты (1:3)

Прибавляют при перемешивании к 3 объемам безаммиачной воды 1 объем серной кислоты (ρ=1,84). Срок хранения раствора 6 месяцев.

8.2.2 Приготовление раствора для минерализации

В термостойком стакане растворяют 134,0 г сульфата калия в 650 $см^3$ безаммиачной воды, добавляют 200 $см^3$ концентрированной серной кислоты, тщательно перемешивают. Затем добавляют раствор сульфата ртути (см. Примечание), раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мернуо колбу вместимостью 1 $дм^3$ (тщательно смывая все со стенок стакана) и доводят до метки безаммиачной водой. В качестве катализатора вместо сульфата ртути можно использовать металлическую ртуть.

Примечание. Раствор сульфата ртути готовят следующим образом: навеску 2 г окиси ртути растворяют в стакане в 25 $см^3$ 20% раствора серной кислоты.

8.2.3 Приготовление раствора для подщелачивания

В термостойком стакане растворяют 500 г гидроксида натрия и 25 г серноватистокислого натрия в 500 $см^3$ безаммиачной воды, доводят объем до 1 $дм^3$.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 6 месяцев.

8.2.4 Приготовление 0,5 % раствора фенолфталеина в 50% этиловом спирте

В колбе растворяют 0,5 г фенолфталеина в 50 $см^3$ 96% этилового спирта и доводят до 100 $см^3$ безаммиачной водой.

Раствор хранят в темном месте до внешних изменений.

8.2.5 Приготовление 1,0 моль/$дм^3$ эквивалента раствора серной кислоты

В термостойкий стакан наливают 500 $см^3$ безаммиачной воды и медленно при перемешивании добавляют 28,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки безаммиачной водой.

Срок хранения 6 месяцев.

8.2.6 Приготовление 0,1 моль/$дм^3$ эквивалента раствора серной кислоты

В термостойкий стакан наливают 500 $см^3$ безаммиачной воды и медленно при перемешивании добавляют 2,8 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки безаммиачной водой.

Срок хранения 6 месяцев.

8.2.7 Приготовление 0,02 моль/дм^3 эквивалента раствора серной кислоты

В термостойком стакане к 500 см^3 безаммиачной воды добавляют 200 см^3 0,1 моль/дм^3 эквивалента раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки безаммиачной водой. Срок хранения 6 месяцев.

При использовании этого раствора для титрования титр или поправку проверяют титрованием раствором гидроксида натрия (0,02 моль/дм^3 эквивалента).

8.2.8 Приготовление 1,0 моль/дм^3 эквивалента раствора гидроксида натрия

В стакане растворяют 40 г гидроксида натрия в 200-300 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной безаммиачной воды, по окончании растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки свежепрокипяченной и охлажденной безаммиачной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли с пробкой и хлоркальцевой трубкой, заполненной натронной известью (для предотвращения попадания углекислоты из воздуха), в течение 3 месяцев.

Поправочный коэффициент определяют титрованием 1,0 моль/дм^3 эквивалента раствором серной кислоты (см. Приложение А).

8.2.9 Приготовление 0,1 моль/дм^3 эквивалента раствора гидроксида натрия

В стакане растворяют 4,0 г гидроксида натрия в 100 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной безаммиачной воды. По окончании растворения раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки свежепрокипяченной и охлажденной безаммиачной водой.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли с пробкой и хлоркальцевой трубкой, заполненной натронной известью (для предотвращения попадания углекислоты из воздуха), в течение 3 месяцев.

Поправочный коэффициент определяют титрованием 0,1 моль/дм^3 эквивалента раствором серной кислоты (см. Приложение А).

8.2.10 Приготовление 0,02 моль/дм^3 эквивалента раствора гидроксида натрия

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 200 см^3 0,1 н раствора гидроксида натрия и разбавляют свежепрокипяченной и охлажденной безаммиачной водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли с пробкой и хлоркальцевой трубкой, заполненной натронной известью (для предотвращения попадания углекислоты из воздуха), в течение 6 месяцев.

Поправочный коэффициент определяют титрованием раствором серной кислоты 0,02 моль/дм^3 эквивалента (см. Приложение А).

8.2.11 Приготовление 0,1 % раствора метилового красного

Растворяют 0,1 г метилового красного в 100 см^3 96% этилового спирта. Раствор хранят в защищенном от света месте до внешних изменений.

8.2.12 Приготовление 0,2 % раствора метилового красного

Растворяют 0,2 г метилового красного в 100 см^3 96% этилового спирта. Раствор хранят в защищенном от света месте до внешних изменений.

8.2.13 Приготовление 0,2 % раствора метиленового синего

Растворяют 0,2 г метиленового синего в 100 см^3 96% этилового спирта. Раствор хранят в защищенном от света месте до внешних изменений.

8.2.14 Приготовление смешанного индикатора

В колбе смешивают два объема 0,2% раствора метилового красного в 96% этиловом спирте и один объем 0,2% раствора метиленового синего в 96% растворе этилового спирта.

Раствор хранят в склянке из темного стекла до внешних изменений.

8.2.15 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 15%

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 300 см^3 дистиллированной воды и приливают при перемешивании 353 см^3 соляной кислоты (ρ =1,18). Раствор доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения 6 месяцев.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В зависимости от предполагаемого содержания азота общего помещают в колбу Кьельдаля от 25 до 100 см^3 пробы воды (см. таблицу 2), далее пробу подкисляют 5 см^3 разбавленной серной кислоты (1:3). Добавляют 0,5 г порошкообразного железа. Смесь нагревают на водяной бане до тех пор, пока в колбе не останется лишь незначительное количество железа. После охлаждения добавляют 50 см^3 смеси для минерализации. В горло колбы вставляют втулку и содержимое колбы слабо кипятят под тягой. В случае высокого содержания органических веществ, не содержащих азота, добавляют двукратное количество смеси для минерализации. Минерализация считается законченной через 20-30 мин после осветления смеси.

Остаток в колбе разбавляют безаммиачной водой приблизительно до 300 см^3, добавляют несколько капель фенолфталеина (п.8.2.4) и нейтрализуют раствором для подщелачивания (п.8.2.3) до слаборозовой окраски.

Колбу подсоединяют к установке для перегонки и отгоняют приблизительно 200 $см^3$ дистиллята в приемник, в который предварительно было налито 25 $см^3$ раствора серной кислоты (концентрация кислоты в зависимости от предполагаемого содержания в пробе аммиака указана в табл. 2).

Таблица 2

Концентрация азота, $мг/дм^3$	Количество воды, $см^3$
от 1 до 25 вкл.	100
св. 25 до 50 вкл.	50
св. 50 до 100 вкл.	25
св. 100 до 200 вкл.	12

Содержание аммиака в дистилляте определяют путем титрования раствором гидроксида натрия соответствующей концентрации (такой же, какой применялась серная кислота для поглощения аммиака), по метиловому красному или со смешанным индикатором[1]. Параллельно определяют количество раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование 25 $см^3$ серной кислоты, помещенной в приемник. Количество серной кислоты, израсходованной на поглощение аммиака, определяют по разности этих двух титрований.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Концентрацию азота общего (С) в $мг/дм^3$ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) * K * N * 18{,}04 * 1000 * 0{,}78}{V},$$

[1] При содержании в пробе общего азота менее 1 $мг/дм^3$ возможно определение аммиака фотометрическим методом.

где V_1 – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование 25 см^3 раствора серной кислоты, см^3;

V_2 – объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование дистиллята, см^3;

K – поправочный коэффициент к концентрации раствора гидроксида натрия;

N – концентрация раствора гидроксида натрия;

18,04 – эквивалент иона аммония;

V – объем пробы, взятой для анализа, см^3;

0,78 – коэффициент пересчета аммиака на азот.

10.2 За результат анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 1,0 до 200 вкл.	28

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 1,0 до 200 вкл.	39

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

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

$X_{ср}$ – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

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

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

12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются ГСО 7193-95, 7194-95 состава водного раствора азота общего.

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | C_{ср} - C |$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации азота общего в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 10.2;

С – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Установление поправочного коэффициента для растворов гидроксида натрия по серной кислоте

1 Приготовление растворов

1.1 Приготовление растворов серной кислоты

Растворы серной кислоты концентраций 1 моль/дм^3 эквивалента; 0,1 моль/дм^3 эквивалента и 0,02 моль/дм^3 эквивалента готовя в соответствии с п.п 8.2.5; 8.2.6 и 8.2.7.

1.2 Приготовление 1% раствора фенолфталеина в 96% этиловом спирте

Растворяют 1,0 г фенолфталеина в 100 см^3 96% этилового спирта. Раствор хранят в защищенном от света месте до внешних изменений.

2 Ход анализа

Способ 1

30-40 см^3 раствора гидроксида натрия помещают в коническую колбу, добавляют 3-4 капли 1% раствора фенолфталеина и титруют раствором серной кислоты соответствующей концентрации до момента обесцвечивания раствора. Затем раствор нагревают до кипения (накрыв часовым стеклом). Если розовая окраска вновь появится, раствор охлаждают и добавляют по каплям раствор серной кислоты до исчезновения окраски. Нагревание до кипения, охлаждение и титрование производят до тех пор, пока кипячение не перестанет вызывать розовую окраску.

Способ 2

30-40 $см^3$ серной кислоты соответствующей концентрации помещают в коническую колбу, добавляют 3-4 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до появления неисчезающей розовой окраски.

3 Расчет поправочного коэффициента

Поправочный коэффициент (К) для приведения к точной концентрации раствора гидроксида натрия рассчитывают по формуле:

$$K = V_1/V,$$

где V_1 – объем раствора серной кислоты, взятый или израсходованный на титрование, $см^3$;

V – объем раствора гидроксида натрия, взятый или израсходованный на титрования, $см^3$.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224	Факс: (343)3502-117 Телефон: (343) 3502-295 E-mail: panova@uniim.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (343) 3502-117 Phone: (343) 3502-295 E-mail: panova@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.136 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации общего азота в природных и сточных водах титриметрическим методом,*

разработанная *ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г. Москва),*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
От 1 до 200	28	10	14

2.Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 1 до 200	28	39

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

gost.e-ecolog.ru