РД 52.24.483-2005

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СУЛЬФАТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ГУ «Гидрохимический институт»

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.И. Минина, канд. хим. наук, Л.В. Боева, канд. хим. наук, Т.С. Евдокимова,

3 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета

4 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано ГУ «Гидрохимический институт» 30.12.2004 г. N 138.24-2004.

5 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.483-2005 от 30.06.2005 г.

6 ВЗАМЕН РД 52.24.483-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфатов в водах весовым методом»

Введение

Сульфат-ионы являются важнейшим компонентом химического состава поверхностных вод. В маломинерализованных водах сульфаты находятся преимущественно в ионной форме. При увеличении минерализации они склонны к образованию ассоциированных нейтральных ионных пар типа $CaSO_4$, $MgSO_4$.

В поверхностные воды сульфаты поступают главным образом за счет процессов химического выветривания и растворения серосодержащих минералов, в основном гипса и ангидрита, а также окисления сульфидных минералов и серы. Значительные количества сульфатов поступают в водные объекты в процессе отмирания организмов и окисления веществ растительного и животного происхождения, а также с промышленными и бытовыми сточными водами.

Содержание сульфатов в незагрязненных речных водах и водах пресных озер зависит от их географического расположения и обычно находится в пределах от 5 до 500 мг/дм^3, в дождевых водах - от 1 до 10 мг/дм^3. В подземных водах содержание сульфатов нередко достигает значительно более высоких величин. В целом же оно ограничивается сравнительно малой растворимостью сульфата кальция (произведение растворимости $6{,}1\ 10^{-5}$). Внутригодовые изменения концентрации сульфатов в поверхностных водах суши связаны, в основном, с особенностями гидрологического режима водного объекта.

Повышенное содержание сульфатов ухудшает органолептические свойства воды. Жесткие требования в отношении концентрации сульфатов предъявляются и к воде, питающей паросиловые установки, поскольку в присутствии кальция сульфаты образуют прочную накипь.

ПДК сульфатов для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 500 мг/дм^3, рыбохозяйственного назначения - 100 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СУЛЬФАТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 2005-07-01

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - методика) массовой концентрации сульфатов в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне от 50 до 500 мг/дм^3 гравиметрическим методом. При анализе проб воды с массовой концентрацией сульфатов, превышающей 500 мг/дм^3, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

2 Характеристики погрешности измерения

2.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией сульфатов свыше 500 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$, где Δ - погрешность измерения концентрации сульфатов в разбавленной пробе; η – степень разбавления.

Предел обнаружения сульфатов гравиметрическим методом 20 мг/дм^3.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих (Р=0,95)

Диапазон измерений массовой концентрации сульфатов, X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности Р=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности Р=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 50 до 500 включ.	2+0,01 X	2+0,02 X	2+0,01 X	5+0,03 X

2.2 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.

3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

3.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства

3.1.1 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001.

3.1.2 Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г.

3.1.3 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 250 см^3 - 2 шт.

3.1.4 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 см^3 - 2 шт.
5 см^3 - 3 шт.

3.1.5 Пипетки с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 10 $см^3$ - 1 шт.
25 $см^3$ - 1 шт.
50 $см^3$ - 1шт.
100 $см^3$ - 2 шт.

3.1.6 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью:
50 $см^3$ - 2 шт.
100 $см^3$ - 2 шт.
500 $см^3$ - 1 шт.

3.1.7 Колбы конические по ГОСТ 25336-82 вместимостью:
500 $см^3$ - 6 шт.

3.1.8 Стаканы химические по ГОСТ 25336-82 вместимостью:
100 $см^3$ - 10 шт.
250 $см^3$ - 10 шт.
500 $см^3$ - 10 шт.

3.1.9 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82 - 1 шт.

3.1.10 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм - 10 шт.

3.1.11 Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147-80 диаметром 25-35 мм - 10 шт.

3.1.12 Стеклянные палочки диаметром 5-6 мм и длиной 25-30 см - 10 шт.

3.1.13 Часовые стёкла диаметром 7-10 см - 10 шт.

3.1.14 Капельницы по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

3.1.15 Колонка хроматографическая диаметром 1,5-2,0 и длиной 25-30см - 1 шт.

3.1.16 Эксикатор по ГОСТ 25336-82.

3.1.17 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

3.1.18 Печь муфельная по ТУ 79 РСФСР 337-72.

3.1.19 Плитки электрические по ГОСТ 14919-83.

3.1.20 Бани водяные.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 3.1.

3.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы

3.2.1 Барий хлорид 2-водный (хлорид бария) по ГОСТ 4108-72, ч.д.а.

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

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

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

3.2.5 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461-77, ч.д.а.

3.2.6 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.

3.2.7 Метиловый оранжевый, индикатор.

3.2.8 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87

3.2.9 Уголь активный.

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

3.2.11 Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.

3.2.12 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам.

3.2.13 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181-76.

3.2.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 3.2.

4 Метод измерения

Определение массовой концентрации сульфатов гравиметрическим методом основано на измерении массы осадка сульфата бария, образующегося при взаимодействии сульфат-ионов с хлоридом бария в слабокислой среде.

5 Требования безопасности, охраны окружающей среды

5.1 При выполнении измерений массовой концентрации сульфатов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в государственных стандартах и соответствующих нормативных документах.

5.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

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

5.4 Вреднодействующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

5.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

6 Требования к квалификации операторов

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

7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С ;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц.
-

8 Отбор и хранение проб

Отбор и хранение проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05-85 и ГОСТ Р 51592-2000. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04-81 и ГОСТ Р 51592-2000. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,5 дм^3. Пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, промытый дистиллированной водой. Допустимо использование промытых дистиллированной водой бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить.

Пробы хранят в полипропиленовой (полиэтиленовой) или стеклянной посуде при температуре 3-4 °С. Анализ проб сточных и загрязненных природных вод рекомендуется выполнять в течение 7 дней после отбора. Если в воде присутствуют заметные количества других соединений минеральной или органической серы, определение необходимо выполнять не позднее суток после отбора проб.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Приготовление растворов и реактивов

9.1.1 Раствор хлорида бария, 10 %

12 г хлорида бария ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды и фильтруют через фильтр "синяя лента". Раствор устойчив.

9.1.2 Раствор нитрата серебра, 10 %

2,5 г нитрата серебра растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды и добавляют 0,25 см^3 концентрированной азотной кислоты. При хранении в склянке из тёмного стекла раствор устойчив.

9.1.3 Раствор соляной кислоты, 1:1

50 см^3 концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 см^3 дистиллирован ной воды.

9.1.4 Раствор соляной кислоты, 1:50

2 см^3 концентрированной соляной кислоты смешивают с 100 см^3

дистиллированной воды.

9.1.5 Раствор соляной кислоты 4 моль/дм^3

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

9.1.6 Раствор аммиака, 12 %

50 см^3 аммиака водного смешивают с 50 см^3 дистиллированной воды.

9.1.7 Раствор метилоранжа, 0,5 %

0,25 г метилоранжа растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды.

9.1.8 Активный уголь

Способ подготовки активного угля приведен в приложении А.

9.1.9 Раствор гидроксида натрия 1 моль/дм^3

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

9.1.10 Раствор гидроксида натрия, 0,4 %

2 г гидроксида натрия растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде.

10 Выполнение измерений

10.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающих влияний

Ориентировочную оценку содержания сульфатов в неизвестной пробе воды проводят, как описано в приложении Б.

Отбирают пробу воды объемом 250 см^3 (с помощью мерной колбы вместимостью 250 см^3) или 100 см^3 (с помощью пипетки) в зависимости от предполагаемого содержания сульфатов (менее 200 или от 200 до 500 мг/дм^3 соответственно) и помещают её в стакан вместимостью 500 или 250 см^3. Добавляют 1-2 капли раствора метилоранжа и по каплям раствор соляной кислоты 1:1 до перехода окраски в розовую, после чего добавляют еще 1 см^3 раствора кислоты на каждые 100 см^3 пробы. Смесь нагревают до кипения, затем при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой прибавляют по каплям 3 см^3 горячего раствора хлорида бария.

Дают пробе немного отстояться и добавляют к прозрачной жидкости

над осадком 3-4 капли раствора хлорида бария. При появлении мути вводят ещё 0,2 см^3 раствора хлорида бария для обеспечения полноты осаждения сульфатов. Повторяют проверку полноты осаждения и, при необходимости, добавляют еще 0,2 см^3 раствора хлорида бария.

Смесь перемешивают в течение 1 мин, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают 2 ч на кипящей водяной бане и оставляют при комнатной температуре до следующего дня.

На следующий день жидкость над осадком, не взмучивая последний, фильтруют через фильтр "синяя лента", который предварительно промывают горячей дистиллированной водой и спиртом (для уплотнения).

Осадок сульфата бария 2-3 раза промывают декантацией, для чего заливают 20 -30 см^3 горячей дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость над осадком осторожно сливают при помощи стеклянной палочки на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в стакане. Далее к осадку добавляют небольшое количество дистиллированной воды, взбалтывают осадок и, не давая отстояться, по палочке переносят на фильтр. Прилипшие к стенкам стакана частицы осадка снимают небольшим кусочком фильтра с помощью стеклянной палочки. Последнюю тщательно обтирают другим кусочком фильтра, оба кусочка присоединяют к осадку и обмывают стакан и палочку дистиллированной водой над фильтром с осадком.

Осадок на фильтре осторожно промывают несколько раз небольшими порциями горячей дистиллированной воды до отрицательной реакции на наличие хлоридов. Для проверки на часовое стекло помещают несколько капель фильтрата и добавляют раствор нитрата серебра. При образовании мути хлорида серебра промывание осадка продолжают.

Фильтр с осадком переносят в предварительно прокалённый до постоянной массы и взвешенный тигель, высушивают, нагревая на электроплитке, затем осторожно обугливают на электроплитке или в открытой муфельной печи, не допуская воспламенения бумаги, и прокаливают при 800 °С до тех пор, пока осадок не станет белым.

Охлаждённый тигель с осадком взвешивают. Повторяют процедур прокаливания и взвешивания до тех пор, пока разница между взве шиваниями будет менее 1 мг. Повторные прокаливания проводят течение 40 - 60 мин.

При анализе вод с массовой концентрацией сульфатов более 50 мг/дм^3, следует отбирать для анализа аликвоту, в которой содержа ние сульфатов не превышает 50 мг и разбавлять ее до 100 см^3 дистил лированной водой.

10.2 Выполнение измерений при наличии мешающих влияний

10.2.1 Для устранения мешающего влияния кремния при содержа нии его 10 мг/дм^3 и более, пробу воды требуемого объёма помещаю в стакан, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и выпарива ют досуха на водяной бане. Сухой остаток нагревают в сушильно шкафу в течение 1 ч, смачивают 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:50, нагревают на плитке до начала кипения и добавляют 25 см дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют и промываю фильтр 10-15 см^3 раствора соляной кислоты 1:50. Доводят объё пробы до исходного дистиллированной водой и выполняют анали как описано в 10.1.

10.2.2 Мешающее влияние больших концентраций железа (боле 10 мг/дм^3) устраняют, осаждая его в виде гидроксида. Для этого фильтрату, полученному после отделения кремния (или к исходно пробе, если отделение кремния не проводилось) прибавляют 1 см раствора азотной кислоты, кипятят при слабом нагревании 5 -1 мин, прибавляют раствор аммиака до щелочной реакции (pH около 9 и помещают в водяную баню на 30 мин. Выделившиеся гидроксид отфильтровывают, осадок на фильтре промывают небольшим колич ством горячей дистиллированной воды, доводят объём фильтрата д исходного и выполняют анализ, как описано в 10.1.

10.2.3 При анализе высокоцветных поверхностных вод (во имеющих темно-желтую или желто-коричневую окраску) для устр нения влияния гумусовых веществ воду предварительно пропускают

через колонку, заполненную активным углем, подготовленным согласно приложению А. Первую порцию воды (примерно равную удвоенному объему угля), пропущенную через колонку, отбрасывают, следующую порцию отбирают и выполняют анализ, как описано в 10.1.

11 Вычисление и оформление результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию сульфатов в анализируемой пробе воды находят по формуле

$$X = 1{,}03 \cdot \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}4115 \cdot 1000}{V} + 4 , \qquad (1)$$

где X - массовая концентрация сульфатов в анализируемой пробе воды, мг/дм^3;

m_1- масса тигля с осадком, мг;

m_2- масса тигля, мг;

0,4115 - фактор пересчёта;

V - объём аликвоты пробы воды, взятый для анализа, см^3;

4; 1,03 - поправки, учитывающие потери сульфатов в процессе анализа.

11.2 Результат измерений сульфатов X, мг/дм^3 в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \ (P = 0{,}95), \qquad (2)$$

где $\pm\Delta$ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации сульфатов, мг/дм^3 (таблица 1).

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

11.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_л \quad (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (3)$$

где $\pm \Delta_л$ – границы характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/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 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

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

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

12.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

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

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

$$K_к = |X' - X - C|, \quad (4)$$

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

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

C – величина добавки, мг/дм^3.

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

$$K = 0{,}84\sqrt{(\Delta_{X'})^2 + (\Delta_X)^2}, \quad (5)$$

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

Δ_X - значение погрешности методики, соответствующее массовой концентрации сульфатов в рабочей пробе, мг/дм^3.

12.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \leq K, \quad (6)$$

процедуру выполнения измерений признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

13 Оценка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77\sigma_R . \qquad (5)$$

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

Примечание – Оценка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка активного угля

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

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

После пропускания каждой пробы воды уголь в колонке регенерируют промыванием 0,4 %-ным раствором гидроксида натрия до исчезновения окраски последнего, затем дистиллированной до нейтральной реакции.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Предварительная оценка концентрации сульфатов в неизвестной пробе воды

В пробирку приливают 5см^3 анализируемой воды, добавляют 2 капли раствора соляной кислоты 1:1, 0,5 см^3 10 %-ного раствора хлорида бария и перемешивают. По характеру появляющейся мути (осадка) оценивают ориентировочную концентрацию сульфатов в соответствии с таблицей Б.1.

Таблица Б.1 - Ориентировочная оценка концентрации сульфатов в пробе воды

Характер мути (осадка)	Отсутствие мути	Слабая муть, появляющаяся через несколько минут	Слабая муть, появляющаяся сразу	Явно выраженная муть	Сильная муть, не оседающая в течение 10 мин	Сильная муть, через 5-15 минут начинается оседание осадка
Концентрация сульфатов, мг/дм^3	Менее 5	5 - 10	10 - 30	30-100	100-500	Более 500

Если при выполнении ориентировочной оценки появляется сильная муть, для уточнения концентрации повторяют процедуру с пробой, разбавленной в 10-20 раз.

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
E-mail gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 138.24-2004
об аттестации МВИ

Методика выполнения измерений *массовой концентрации сульфатов в водах гравиметрическим методом.*
разработанная ГУ *«Гидрохимический институт» (ГУ ГХИ)*
и регламентированная *РД 52.24.483-2005*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 с изменениями 2002 г.

Аттестация осуществлена по результатам *экспериментальных исследований*

В результате аттестации МВИ установлено:

МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измерений массовой концентрации сульфатов, X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 50 до 500 включ.	2+0,01·X	2+0,02·X	2+0,01·X	5+0,03·X

2. Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации сульфатов, X, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности (P=0,95) R , мг/дм^3
От 50 до 500 включ.	5+0,06· X

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.483-2005.

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

Дата выдачи свидетельства 30 декабря 2004 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru