

**Письмо №1**  
**с изменениями по методике**  
**от 5 декабря 2016 года**

Федеральное государственное бюджетное учреждение  
«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»  
(ФГБУ «ФЦАО»)

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель Центра метрологии  
и сертификации (СЕРТИФИКАЦИОННОЕ  
АХУ) ВОРАН

Директор  
ФГБУ «ФЦАО»

УТВЕРЖАЮ:

Директор  
ФГБУ «ФЦАО»

В.В.Новиков

Данное  
документ

ФГБУ  
ФЦАО  
Ивантеевская

2016г.

05 октября

2016г.

**ИЗМЕНЕНИЕ № 1**

**к методике измерений**

регламентированной в ПНД Ф 14.1:2:4.52-96 (издание 2016 г)

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ ХРОМА  
В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ДИФЕНИЛКАРБАЗИДОМ**

Дата введения 05.12.2016

Москва

2016

Перечисленные ниже изменения не влияют на показатели точности измерений, выполняемых в соответствии с ПНД Ф 14.1:2:4.52-96 (издание 2016 г) «Методика измерений массовой концентрации ионов хрома в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с дифенилкарбазидом». Методика внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2016.24677.

**Пункт 8.3.10.** Изложить в новой редакции, уточнив (разъяснив) процедуру приготовления растворов:

«Раствор готовят в день проведения анализа разбавлением рабочего раствора (I) в 10 раз бидистиллированной водой.

Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 5,0 см<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора (I). Объём раствора доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора должен содержать 0,001 мг хрома.

Рабочие градуировочные растворы готовят в день проведения анализа».

**Пункт 8.4.2.** Изложить первый абзац в редакции:

«Для построения градуировочного графика для определения хрома общего необходимо в конические колбы вместимостью до 250 см<sup>3</sup> поместить аликвоты соответствующих рабочих градуировочных растворов в соответствии с таблицей 2, развести дистиллированной водой до приблизительно 80 см<sup>3</sup>, прилить 0,3 см<sup>3</sup> серной кислоты (по п.8.3.3) и 10 см<sup>3</sup> раствора персульфата аммония. Полученную смесь кипятят 20-25 мин (весь персульфат должен разложиться, так как даже следы неразложившегося персульфата аммония мешают последующему фотометрическому определению с дифенилкарбазидом) – при этом объём упаривается приблизительно до 50 см<sup>3</sup>, охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и дальше продолжают анализ, как при определении хрома (VI)».

**Пункт 9.2.** Заменить в первом абзаце ссылку на п 8.3.2 ссылкой на п 8.3.3, как соответствующую построению градуировочного графика, а также исправить фразу «восстановления Cr<sup>6+</sup> до Cr<sup>3+</sup>» на «окисления Cr<sup>3+</sup> до Cr<sup>6+</sup>», так как согласно методу определения общего хрома персульфат аммония позволяет окислить Cr<sup>3+</sup> до Cr<sup>6+</sup>, который в дальнейшем взаимодействует с 1,5-дифенилкарбазидом с образованием соединения фиолетового цвета (надхромовых кислот):

«100 см<sup>3</sup> первоначально неразбавленной, разбавленной или сконцентрированной пробы, содержащей в этом объеме 0,001-0,1 мг хрома, нейтрализуют раствором едкого натра (по п.8.3.1) или раствором серной кислоты (по п.8.3.2) до pH около 4 ед pH, контролируя значение pH по универсальной индикаторной бумаге. Затем прибавляют 0,3 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (по п.8.3.3) и 10 см<sup>3</sup> раствора персульфата аммония (по п.8.3.6) и кипятят в термостойкой колбе в течение 20-25 мин для окисления Cr<sup>3+</sup> до Cr<sup>6+</sup>».



## Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений

Номер в реестре	ФР.1.31.2016.24677
Наименование	Методика измерений массовой концентрации ионов хрома в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом с дифенилкарбазидом. ПНД Ф 14.1:2:4.52-96 (Издание 2016г) [Взамен ФР.1.31.2013.16019]
Назначение	Измерение массовой концентрации ионов хрома в питьевых, природных и сточных водах
Измеряемая величина	Массовая концентрация ионов хрома
№ свидетельства об аттестации	88-16207-051-RA.RU.310657-2016
Дата свидетельства об аттестации	22.06.2016
Тип измерений	Физико-химические измерения
Метод измерений	Фотометрический
Пределы измерений	(0,01 – 3,0) мг/дм <sup>3</sup> ионов хрома
Характеристика погрешности	От 0,010 до 0,10 мг/дм <sup>3</sup> включ.: U <sub>отн</sub> = ± 28 %; Св. 0,10 до 3,0 мг/дм <sup>3</sup> включ. : U <sub>отн</sub> = ± 18 %
Разработчик МВИ	ФГБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)
Адрес	117105, Москва, Варшавское шоссе, д. 39А
Телефон	(495) 229-50-38, факс:(495) 943-29-44
Аттестующая организация	АХУ УрО РАН (Центр "Сертимет")
Адрес	620990, г. Екатеринбург, Первомайская, 91
Телефон	(343)362-33-97, 232-90-37, факс:(343)378-38-96
E-mail	mailglna@imp.uran.ru