

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ФБУ «Федеральный  
центр анализа и оценки техногенного  
воздействия»

С.А. Хахалин

2011 г.



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ «АКТИВНОГО ХЛОРА» В ПИТЬЕВЫХ,  
ПОВЕРХНОСТНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ  
ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.113-97

Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля

МОСКВА 1997 г.  
(издание 2011 г.)

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный инженер ФЦАО, к.х.н.



В.С. Талисманов

**Разработчик:**

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)

Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86

Телефон: (495) 943-29-44

Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96

E-mail: [info@fcao.ru](mailto:info@fcao.ru), [www.fcao.ru](http://www.fcao.ru).

---

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

## 1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации "активного хлора" ("остаточного хлора") в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом.

Диапазон измерений от 0,05 до 5 мг/дм<sup>3</sup>.

Под термином "активный хлор" понимают суммарное содержание в воде: свободного хлора, двуокиси хлора, хлорноватистой кислоты, хлораминов, гипохлоритов.

Определению мешают нитрит-ионы, нитрат-ионы, соли железа, марганца и другие окислители, вступающие в реакцию с йодидом калия в кислой среде. Для устранения мешающего влияния вышеперечисленных компонентов реакцию проводят с ацетатным буферным раствором, имеющим pH=4,5.

## 2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений<sup>1</sup> – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

**Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений**

| Диапазон измерений,   | Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u$ , % | Расширенная относительная неопределенность <sup>2</sup> , $U$ при коэффициенте охвата $k = 2$ , % |
|-----------------------|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ. | 12,5  | 25  |
| Св. 0,3 до 1 включ.   | 8,5   | 17  |
| Св. 1 до 5 включ.     | 6   | 12  |

<sup>1</sup> В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

<sup>2</sup> Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

### **3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

#### **3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование**

Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008.

Универсальный иономер ЭВ-74, ТУ 25-05-2147-76.

Имитатор содержания активного хлора, ГСО 7104-94 + 7106-94.

Бюретка 7-2-10, ГОСТ 29251-91.

Колбы мерные наливные 2-50-2; 2-100-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2, ГОСТ 1770-74.

Пипетки градуированные 4(5)-2-1; 4(5)-2-2; 6(7)-2-5; 6(7)-2-10; 6(7)-2-25; 6(7)-2-50; 6(7)-2-100, ГОСТ 29227-91.

Стаканчики для взвешивания СВ, ГОСТ 25336-82.

Цилиндры или мензурки 2-50; 2-100; 2-250; 2-500, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические К-250 – ТХС, К-500 - ТСХ, ГОСТ 25336-82.

Шпатель, ГОСТ 9147-80.

Бюксы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Воронки В-56 или В-75, ГОСТ 25336-82.

Бутыли из темного стекла с притертymi или винтовыми пробками вместимостью 2000-3000 см<sup>3</sup> для отбора и хранения проб.

#### **П р и м е ч а н и я .**

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

### **3.2 Реактивы и материалы**

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77.

Кислота уксусная, ГОСТ 61-75.

Калий йодистый, ГОСТ 4232-74.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат), стандарт-титр, ТУ 6-09-2540-87.

Калий двухромовокислый, стандарт-титр, ТУ 6-09-2540-87.

Натрий уксуснокислый 3-водный, ГОСТ 199-78.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Синтетическое моющее средство.

#### **П р и м е ч а н и я.**

1 Все реактивы, используемые для измерений, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

## **4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ**

Титриметрический метод определения "активного хлора" основан на том, что свободный хлор, хлорноватистая кислота, гипохлорит-ион, моно- и дихлорамины в кислой среде реагируют с йодидом калия с выделением йода, который титруют тиосульфатом натрия в присутствии крахмала.

## **5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

**5.1** При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

**5.2** Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

**5.3** Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

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

**5.5** Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

## **6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ**

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой титриметрического анализа и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

## **7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха  $(20\pm 5)^\circ\text{C}$ ;

атмосферное давление  $(84,0\text{--}106,7)$  кПа  $(630\text{--}800)$  мм рт.ст.;

относительная влажность  $(80\pm 5)\%$ ;

напряжение сети  $(220\pm 22)$  В;

частота переменного тока  $(50\pm 1)$  Гц.

## **8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка посуды для отбора проб, отбор проб, их консервирование и хранение, приготовление вспомогательных растворов,

### **8.1 Подготовка посуды для отбора проб**

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной, затем 3-4 раза дистиллированной водой.

### **8.2 Отбор проб, их консервирование и хранение**

**8.2.1** Отбор проб питьевых вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51593-2000 "Вода питьевая. Отбор проб".

Отбор проб поверхностных и сточных вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбо-

ру проб", ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод».

**8.2.2** Пробы воды, объемом не менее 1000 см<sup>3</sup>, отбирают в бутыли из темного стекла, подготовленные по п. 8.2 и предварительно ополоснутые отбираемой водой.

**8.2.3** Пробу предохраняют от прямого солнечного света, нагревания и сотрясений. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в тару, обеспечивающую все вышеперечисленные условия.

**8.2.4** Пробу воды анализируют в день отбора, не консервируют.

**8.2.5** При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;  
место, время отбора;  
номер пробы;  
объем пробы;  
должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

### **8.3 Приготовление вспомогательных растворов**

#### **8.3.1 Уксусная кислота, раствор молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>.**

60 см<sup>3</sup> концентрированной уксусной кислоты, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> примерно наполовину заполненную дистиллированной водой, объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

#### **8.3.2 Уксуснокислый натрий, раствор молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>.**

Навеску (136,1 г) трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой.

### **8.3.3 Уксусно-ацетатный буферный раствор ( $pH=4,5$ ).**

В мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> смешивают 102 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты (п.8.3.1) и 98 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия (п.8.3.2), объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

### **8.3.4 Крахмал, 0,5%-ный раствор.**

Навеску (5,00 г) крахмала помещают в стакан, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, перемешивают. Полученную кашицу вливают тонкой струйкой при перемешивании в 950 см<sup>3</sup> кипящей воды, кипятят 3-5 минут.

Раствор устойчив в течение 4-5 дней.

### **8.3.5 Раствор тиосульфата натрия (I) нормальной концентрации 0,1 н.**

Содержимое ампулы стандарт-титра тиосульфата натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

### **8.3.6 Раствор тиосульфата натрия (II) нормальной концентрации 0,01 н.**

100 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия (I) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

### **8.3.7 Раствор тиосульфата натрия (III) нормальной концентрации 0,005 н.**

50 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия (II) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

### **8.3.8 Растворы бихромата калия (I) нормальной концентрации 0,1 н.**

Содержимое ампулы стандарт-титра бихромата калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

**8.3.9 Растворы бихромата калия (II) нормальной концентрации 0,01 н.**

100 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия (I) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

**8.3.10 Растворы бихромата калия (III) нормальной концентрации 0,005 н.**

50 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия (II) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

**8.3.11 Раствор серной кислоты (1:4).**

Смешивают 4 части дистиллированной воды и 1 часть концентрированной серной кислоты, осторожно приливая кислоту к воде.

**9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений массовой концентрации «активного хлора» в пробах питьевых, поверхностных и сточных вод выполняют следующие операции.

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, снабженную притертой стеклянной пробкой, помещают шпателем 0,5-0,7 г йодистого калия, растворяют в 2-3 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают 12 см<sup>3</sup> уксусно-ацетатного буферного раствора (п. 8.3.3) и 200 см<sup>3</sup> анализируемой воды, перемешивают, помещают на 5 минут в темное место.

Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия (III) при содержании "активного хлора" от 0,05 до 1 мг/дм<sup>3</sup> или раствором тиосульфата натрия (II) при содержании "активного хлора" свыше 1 мг/дм<sup>3</sup> до появления светло-желтой окраски. Добавляют 1-2 см<sup>3</sup> раствора крахмала (п.8.3.4) и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

**10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**

Массовую концентрацию "активного хлора", X (мг/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \times K \times M \times 35,45 \times 1000}{V}, \quad (1)$$

где  $a$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование анализируемой пробы,  $\text{см}^3$ ;

$V$  - аликвотная часть пробы,  $\text{см}^3$ ;

$M$  - молярная концентрация эквивалента тиосульфата натрия, моль/ $\text{дм}^3$ ;

$K$  - поправочный коэффициент к титру раствора тиосульфата натрия<sup>3</sup>;

35,5 - эквивалентная молярная масса хлора, г/моль.

При необходимости за результат измерений  $X_{cp}$  принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (2)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot g \cdot X_{cp} \quad (3)$$

где  $g$  - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Значения предела повторяемости при вероятности  $P=0,95$

| Диапазон измерений, мг/ $\text{дм}^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $g, \%$ |
|---------------------------------------|---|
| От 0,05 до 0,3 включ.                 | 25  |
| Св. 0,3 до 1 включ.                   | 17  |
| Св. 1 до 5 включ.                     | 11  |

При невыполнении условия (3) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

<sup>3</sup> Установление поправочного коэффициента к титру раствора тиосульфата натрия приведено в приложении Б.

## 11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:  $X \pm = 0,01 \cdot U \cdot X, \text{ мг/дм}^3$ ,

где  $X$  – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10,  $\text{мг/дм}^3$ ;

$U$  – значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2).

Значение  $U$  приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X \pm 0,01 \cdot U_n \cdot X, \text{ мг/дм}^3, P=0,95$ , при условии  $U_n < U$ , где  $U_n$  – значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечивающее контролем стабильности результатов измерений.

### П р и м е ч а н и я.

При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

## 12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

### 12.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процес-

дурь контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов измерений возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

## 12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Образцами для контроля являются ГСО 7104-94 + 7106-94 – имитатор содержания активного хлора.

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = | C_{op} - C | \quad (5)$$

где  $C_{op}$  – результат измерений массовой концентрации «активного хлора» в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 10;

$C$  – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{I(TOE)}, \quad (6)$$

где  $\sigma_{I(TOE)}$  – стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации активного хлора в образце для контроля,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

### 13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ДВУХ ЛАБОРАТОРИЯХ

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 среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Значения предела воспроизводимости при вероятности Р=0,95

| Диапазон измерений,<br>мг/дм <sup>3</sup> | Предел воспроизводимости<br>(относительное значение допускаемого расхождения<br>между двумя результатами измерений, полученными в<br>разных лабораториях), R, % |
|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ.                     | 34  |
| Св. 0,3 до 1 включ.                       | 22  |
| Св. 1 до 5 включ.                         | 17  |

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

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**(информационное)**

Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

| Источник неопределенности  | Оценка типа | Стандартная относительная неопределенность <sup>4</sup> , % |                                     |                                   |
|--|-------------|---|-------------------------------------|-----------------------------------|
|  |             | (от 0,05 - 0,3)<br>мг/дм <sup>3</sup>                       | (св. 0,3 - 1)<br>мг/дм <sup>3</sup> | (св. 1 - 5)<br>мг/дм <sup>3</sup> |
| Степень чистоты реагентов и дистиллированной воды, $u_1$ , %   | B           | 2,3   | 2,3                                 | 1,8                               |
| Подготовка проб к анализу, $u_2$ , %   | B           | 2,2   | 2,2                                 | 2,2                               |
| Стандартное отклонение результатов измерений объема титранта, израсходованного на титрование, $u_3$ , %  | B           | 5,2   | 5,2                                 | 5,2                               |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости <sup>5</sup> , $u_r$ , $(\sigma_r)$ , %                          | A           | 9   | 6                                   | 4                                 |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности <sup>5</sup> , $u_{(TOE)}$ , $(\sigma_{TOE})$ , % | A           | 11  | 7                                   | 5                                 |
| Стандартное отклонение измерений полученных в условиях воспроизводимости, $u_R$ , $(\sigma_R)$ , %   | A           | 12  | 8                                   | 6                                 |
| Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$ , %  |             | 12,5  | 8,5                                 | 6                                 |
| Расширенная относительная неопределенность, $(U_{omk})$ при $k = 2$ , %  |             | 25  | 17                                  | 12                                |

**П р и м е ч а н и я:**

1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.

2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

<sup>4</sup> Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

<sup>5</sup> Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б****Установление поправочного коэффициента к титру раствора тиосульфата натрия**

Поправочный коэффициент к титру 0,01 н. раствора тиосульфата натрия определяют по 0,01 н. раствору бихромата калия. Для этого в коническую колбу с притертой пробкой помещают 0,5 г иодида калия, растворяют его в 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> разбавленной (1:4) серной кислоты, затем 10 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора бихромата калия, добавляют 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 минут. Затем выделившийся йод титруют 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствором тиосульфата натрия в присутствии 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала (0,5%-ного), прибавленного в конце титрования. Поправочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{10}{A},$$

где А - количество раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия, см<sup>3</sup>.

Поправочный коэффициент к титру 0,005 н. раствора тиосульфата натрия рассчитывают по 0,005 н. раствору бихромата калия, как указано для 0,01 н. раствора тиосульфата натрия.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ  
(РОСПРИРОДНАДЗОР)  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ  
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»  
(ФБУ «ФЦАО»)

## СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики (метода) измерений

№ 013/01.00301-2010/2011

Методика измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава питьевых, поверхностных и сточных вод,

разработанная ФБУ «ФЦАО» 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д 11 стр 1

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2;4.113-97 «Методика измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых, поверхностных и сточных водах титриметрическим методом», 2011 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

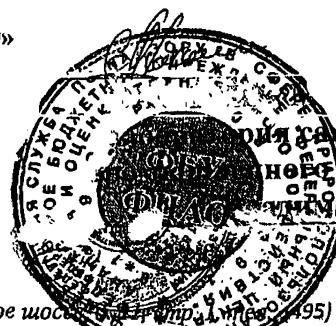
В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 листах.

И.о. директора ФБУ «ФЦАО»

С.А. Хахалин

Дата выдачи: 15.03.2011 г.



125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11 стр. 1, тел. (495) 943-29-44 [www.fcao.ru](http://www.fcao.ru)

## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 013/01.00301-2010/2011 об аттестации  
методики измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых,  
поверхностных и сточных водах титриметрическим методом  
на 2 листах

1 Показатели точности измерений<sup>1</sup> приведены в таблице 1

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

| Диапазон измерений,<br>мг/дм <sup>3</sup> | Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u$ , % | Расширенная относительная неопределенность <sup>2</sup> , $U$ при коэффициенте охвата $k = 2$ , % |
|---|---|---|
| От 0,05 до 0,3 включ.                     | 12,5  | 25  |
| Св. 0,3 до 1 включ.                       | 8,5   | 17  |
| Св. 1 до 5 включ.                         | 6   | 12  |

2 Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации «активного хлора»

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации «активного хлора»

| Источник неопределенности   | Оценка типа | Стандартная относительная неопределенность, % |                                 |                                |
|---|-------------|---|---------------------------------|--------------------------------|
|   |             | (от 0,05 – 0,3) мг/дм <sup>3</sup>            | (св 0,3 – 1) мг/дм <sup>3</sup> | (св. 1 – 5) мг/дм <sup>3</sup> |
| Степень чистоты реагентов и дистиллированной воды, $u_1$ , %  | B           | 2,3   | 2,3                             | 1,8                            |
| Подготовка проб к анализу, $u_2$ , %  | B           | 2,2   | 2,2                             | 2,2                            |
| Стандартное отклонение результатов измерений объема титранта, израсходованного на титрование, $u_3$ , %   | B           | 5,2   | 5,2                             | 5,2                            |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости <sup>3</sup> , $u_r$ ( $\sigma_r$ ), %                              | A           | 9   | 6                               | 4                              |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности <sup>3</sup> , $u_{(траб)}$ ( $\sigma_{(траб)}$ ), % | A           | 11  | 7                               | 5                              |
| Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, $u_R$ ( $\sigma_R$ ), %  | A           | 12  | 8                               | 6                              |
| Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$ , %   |             | 12,5  | 8,5                             | 6                              |
| Расширенная относительная неопределенность, $(U_{отн.})$ при $k = 2$ , %  |             | 25  | 17                              | 12                             |

**П р и м е ч а н и я:**

- Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
- Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

<sup>1</sup> В соответствии с ГОСТ Р 8.563 -2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

<sup>2</sup> Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

<sup>3</sup> Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

## ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

к свидетельству № 013/01.00301-2010/2011 об аттестации  
методики измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых,  
поверхностных и сточных водах титриметрическим методом  
на 2 листах

## 3 Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Таблица 3 - Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

| Наименование операции  | Контролируемая (проверяемая) характеристика  | Значение норматива при вероятности $P = 0,95, \%$ |                                  |                                |
|--|--|---|----------------------------------|--------------------------------|
|  |  | (от 0,05 – 0,3) мг/дм <sup>3</sup>                | (св. 0,3 – 1) мг/дм <sup>3</sup> | (св. 1 – 5) мг/дм <sup>3</sup> |
| Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений)               | Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому                                       | 1   | 25                               | 17                             |
| Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости | Модуль разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому | $R^4$   | 34                               | 22                             |
|  |  |   |                                  | 17                             |

Эксперт в области аттестации  
методик (методов измерений)  
Сертификат № RUM 02.33.00389  
Дата выдачи: 24.11.2009 г.

Т.Н. Попова

<sup>4</sup> Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости ( $R$ ) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.