

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

УТВЕРЖДАЮ

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



С.А. Хахалин

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 ФБУ «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, 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/дм³.

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 измерений¹ – 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 ² , 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

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

² 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 притертыми или винтовыми пробками вместимостью 2000-3000 см³ для отбора и хранения проб.

Примечания.

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 серноватисто-кислый (натрия тиосульфат), стандарт-титр, ТУ 6-09-2540-87.

Калий двуххромовокислый, 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.

Примечания.

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 ± 5)°C;

атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст);

относительная влажность (80 ± 5) %;

напряжение сети (220 ± 22) В;

частота переменного тока (50 ± 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 см³, отбирают в бутылки 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/дм³.*

60 см³ концентрированной уксусной кислоты, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ примерно наполовину заполненную дистиллированной водой, объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

8.3.2 *Уксуснокислый натрий, раствор молярной концентрации 1 моль/дм³.*

Навеску (136,1 г) трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, 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 см³ смешивают 102 см³ раствора уксусной кислоты (п.8.3.1) и 98 см³ 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 см³ воды, перемешивают. Полученную кашу вливают тонкой струйкой при перемешивании в 950 см³ 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 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

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

100 см³ раствора тиосульфата натрия (I) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

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

50 см³ раствора тиосульфата натрия (II) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

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

100 см³ раствора бихромата калия (I) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

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

50 см³ раствора бихромата калия (II) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³, снабженную притертой стеклянной пробкой, помещают шпателем 0,5-0,7 г йодистого калия, растворяют в 2-3 см³ дистиллированной воды, приливают 12 см³ уксусно-ацетатного буферного раствора (п. 8.3.3) и 200 см³ 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/дм³ или раствором тиосульфата натрия (II) при содержании "активного хлора" свыше 1 мг/дм³ до появления светло-желтой окраски. Добавляют 1-2 см³ раствора крахмала (п. 8.3.4) и продолжают титровать до исчезновения синей окраски раствора.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию "активного хлора", X (мг/дм³) 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, см³;

V - аликвотная часть пробы, см³;

M - молярная концентрация эквивалента тиосульфата натрия, моль/дм³;

K - поправочный коэффициент к титру раствора тиосульфата натрия³;

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:

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

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

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

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
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.

³ 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: $X \pm 0,01 \cdot U \cdot X$, мг/дм³,

где X – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10, мг/дм³;

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: $X \pm 0,01 \cdot U_n \cdot X$, мг/дм³, $P=0,95$, 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 обеспечиваемое 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 проце-

дуры 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

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

где C_{cp} – 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

$$K = 2\sigma_{I(ТОЕ)}, \quad (6)$$

где $\sigma_{I(ТОЕ)}$ – стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации активного хлора в образце для контроля, мг/дм³.

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 $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в 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	Оцен- ка типа	Стандартная относительная неопределенность ⁴ , %		
		(от 0,05 - 0,3) мг/дм ³	(св. 0,3 - 1) мг/дм ³	(св. 1 - 5) мг/дм ³
Степень чистоты реактивов и дистилли- рованной воды, u_1 , %	В	2,3	2,3	1,8
Подготовка проб к анализу, u_2 , %	В	2,2	2,2	2,2
Стандартное отклонение результатов из- мерений объема титранта, израсходован- ного на титрование, u_3 , %	В	5,2	5,2	5,2
Стандартное отклонение результатов из- мерений, полученных в условиях повто- ряемости ⁵ , $u_r(\sigma_r)$, %	А	9	6	4
Стандартное отклонение результатов из- мерений, полученных в условиях проме- жуточной прецизионности ⁵ , $u_I(ГОЕ)$ ($\sigma_I(ГОЕ)$), %	А	11	7	5
Стандартное отклонение измерений по- лученных в условиях воспроизводимости, $u_R(\sigma_R)$, %	А	12	8	6
Суммарная стандартная относительная неопреде- ленность, u_c , %		12,5	8,5	6
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{\text{отн}}$) 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 на- блюдений. 2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистиче- ского анализа ряда наблюдений.				

⁴ Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной веро-
ятности $P = 0,95$.

⁵ Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения ре-
зультатов 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 см³ дистиллированной воды, прибавляют 5 см³ разбавленной (1:4) серной кислоты, затем 10 см³ 0,01 моль/дм³ раствора бихромата калия, добавляют 80 см³ дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 минут. Затем выделившийся йод титруют 0,01 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия в присутствии 1 см³ 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 см³ раствора бихромата калия, см³.

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./факс (495) 943-29-44 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 измерений¹ приведены в таблице 1

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений, мг/дм ³	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u , %	Расширенная относительная неопределенность ² , 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 ³	(св. 0,3 – 1) мг/дм ³	(св. 1 – 5) мг/дм ³
Степень чистоты реактивов 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 ³ , u_r (σ_r), %	A	9	6	4
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности ³ , $u_{I(ТОВ)}$ ($\sigma_{I(ТОВ)}$), %	A	11	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, u_R (σ_R), %	A	12	8	6
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		12,5	8,5	6
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{\text{рас}}$) при $k = 2$, %		25	17	12
Примечания: 1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений. 2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.				

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

² Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

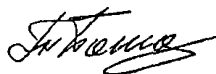
к свидетельству № 013/01.00301-2010/2011 об аттестации
методики измерений массовой концентрации «активного хлора» в питьевых,
поверхностных и сточных водах титриметрическим методом
на 2 листах

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 ³	(св. 0,3 – 1) мг/дм ³	(св. 1 – 5) мг/дм ³
Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений)	Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	r		
		25	17	11
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

⁴ 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.