
**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)**

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**РД
52.24.538-
2021**

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ
ПОЛИФОСФАТНОГО ФОСФОРА В ВОДАХ
Методика измерений фотометрическим методом**

Ростов-на-Дону
2021

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.А. Андреев, канд. хим. наук (руководитель разработки), И.А. Рязанцева (ответственный исполнитель), В.Е. Котова, канд. хим. наук, А.А. Назарова, канд. хим. наук

3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 02.04.2021;

- с Управлением мониторинга состояния и загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 29.04.2021

4 УТВЕРЖДЁН врио руководителя Росгидромета 29.04.2021.

ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 04.06.2021 № 175

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ГХИ»

Свидетельство об аттестации методики измерений № 538.RA.RU. 311345–2021 от 25.06.2021

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации ФГБУ «НПО «Тайфун» Росгидромета 20.05.2021.

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА РД 52.24.538-2021

7 ВЗАМЕН РД 52.24.382–2006 «Массовая концентрация фосфатов и полифосфатов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом» в части определения полифосфатов

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2032 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 10 лет

© Росгидромет, ФГБУ «ГХИ», 2021

Право тиражирования и реализации принадлежит ФГБУ «ГХИ»

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Требования к показателям точности измерений	3
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам	3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства.....	3
4.2 Реактивы и материалы	4
5 Метод измерений.....	5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды	5
7 Требования к квалификации операторов	6
8 Требования к условиям измерений	6
9 Подготовка к выполнению измерений	6
9.1 Отбор и хранение проб	6
9.2 Подготовка посуды для определения полифосфатного фосфора	7
9.3 Приготовление растворов.....	7
9.4 Приготовление градуировочных растворов из аттестованной смеси.....	9
9.5 Установление градуировочных зависимостей.....	9
9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики.....	10
10 Порядок выполнения измерений	11
11 Обработка результатов измерений	13
12 Оформление результатов измерений	14
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории	14
13.1 Общие положения	14
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости.....	15
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб	15
13.4 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок	17
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости	18
Приложение А (обязательное) Методика приготовления аттестованных растворов дифосфата натрия АР1-П, АР2-П и АР3-П для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора фотометрическим методом	19
Библиография.....	24

Введение

Одним из важнейших биогенных элементов для природных вод является фосфор. Его избыточное количество способствует эвтрофикации природных вод и ухудшению качества вод, а недостаток приводит к задерживанию развития гидробионтов.

Основная масса фосфора поступает в природные воды в составе стоков с сельскохозяйственных территорий и населённых пунктов, с хозяйственно-бытовыми сточными водами, в результате выветривания и растворения пород, содержащих фосфаты, а также в результате посмертного распада водных организмов. Большая часть фосфатов, использованных водными растениями и животными, возвращается обратно в воду в процессе жизнедеятельности организмов или при минерализации их остатков и лишь некоторая часть попадает на дно водоёмов. Загрязнению природных вод фосфором способствует использование фосфорных удобрений, в состав которых входят полифосфаты. Полифосфаты содержатся в сточных водах производств моющих средств, лаков и красок, огнеупорных поверхностей, бытовой химии. В настоящее время полифосфаты используются в пищевой промышленности как добавка Е452 (применяется 5 видов разных полифосфатов). Полифосфаты достаточно легко гидролизуются в водной среде с образованием кратного количества фосфатов. Таким образом, основным источником соединений фосфора в природные воды могут считаться именно полифосфаты.

В природных водах растворённый фосфор может находиться в виде минеральных и органических соединений. Неорганические соединения фосфора в природных водах представлены в основном ортофосфатами и полифосфатами, но все же преобладающей формой являются ортофосфаты. Содержание общего растворённого фосфора (минерального и органического) зависит от многих факторов, основными из которых являются продукционно-деструкционные, связанные с биотическим круговоротом. Обмен фосфором между его минеральными и органическими формами осуществляется при двух противоположных процессах – фотосинтезе и разложении органического вещества.

В природных и сточных водах фосфор может присутствовать в разных формах. В растворённом состоянии фосфаты в зависимости от pH воды могут находиться в виде ортофосфорной кислоты (H_3PO_4 , H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} и PO_4^{3-}).

Кроме того, существуют разнообразные органические соединения фосфора – нуклеиновые кислоты, нуклеопротеиды, фосфолипиды и другие, которые являются продуктами жизнедеятельности или разложения живых организмов.

В воде соединения минерального или органического фосфора могут присутствовать в растворённом, коллоидном и взвешенном состоянии (таблица 1).

Таблица 1 – Классификация соединений фосфора в природных водах

Химическая форма		Физическая форма		
		Общее содержание	Растворённые формы	Взвешенные формы
Фосфор общий		Фосфор общий (валовый)	Фосфор общий растворённый	Фосфор общий взвешенный
Фосфор минеральный (неорганический)	Фосфатный фосфор	Общий фосфатный фосфор	Растворённый фосфатный фосфор	Взвешенный фосфатный фосфор
	Полифосфатный фосфор (гидролизуемый)	Общий полифосфатный фосфор	Растворённый полифосфатный фосфор	Взвешенный полифосфатный фосфор
Фосфор органический		Общий органический фосфор	Растворённый органический фосфор	Взвешенный органический фосфор

Концентрация ортофосфатов в незагрязнённых природных водах может составлять тысячные, редко сотые доли миллиграмма в кубическом дециметре, более высокие значения могут свидетельствовать о загрязнении водного объекта. Концентрация форм фосфора (органического и минерального) в воде подвержена сезонным колебаниям. Уменьшение содержания фосфатов в воде связано с потреблением их водными организмами, а также переходом в донные отложения при образовании нерастворимых фосфатов.

Содержание полифосфатов в слабо загрязнённых природных водах может составлять тысячные или сотые доли миллиграммов в кубическом дециметре.

Предельно допустимая концентрация полифосфатов в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 3,5 мг/дм³ в пересчёте на фосфат-ион и 1,1 мг/дм³ в пересчёте на фосфор.

В водах водных объектов рыбохозяйственного значения для натрия триполифосфата установлено значение 0,16 мг/дм³ по фосфору фосфатов.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ
ПОЛИФОСФАТНОГО ФОСФОРА В ВОДАХ
Методика выполнения измерений фотометрическим методом**

Дата введения – 2022–01–01

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации полифосфатного фосфора в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом в диапазоне от 0,010 до 100,0 мг/дм³.

Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05–85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 342–77 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3765–78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

РД 52.24.538-2021

ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878–2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия

ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59024–2020 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

РД 52.24.382–2019 Массовая концентрация фосфатного фосфора в водах. Методика измерений фотометрическим методом

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных нормативных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- нормативных документов по метрологии (МИ) – по ежегодно издаваемому «Перечню нормативных документов в области метрологии», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года;

- нормативных документов Росгидромета – по РД 52.18.5 и ежегодно издаваемому информационному указателю нормативных документов, опубликованному по состоянию на 1 января текущего года;

Если ссылочный нормативный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведённых в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазон измерений, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора 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) $\pm\Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм ³
От 0,010 до 0,200 включ.	$0,014 \cdot X$	$0,001 + 0,025 \cdot X$	$0,001 + 0,015 \cdot X$	$0,002 + 0,06 \cdot X$
Св. 0,200 до 100,0 включ.	$0,02 \cdot X$	$0,03 \cdot X$	$0,02 \cdot X$	$0,07 \cdot X$

Предел обнаружения полифосфатного фосфора по настоящему руководящему документу составляет 0,005 мг/дм³ (в пересчёте на фосфор).

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлению результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, ПЭ-5300, ПЭ-5400, Unicо 1201 и др.).

4.1.2 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

4.1.3 Весы неавтоматического действия (лабораторные) высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,001 г или 0,01 г.

4.1.4 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 или 2а по ГОСТ 1770 вместимостью: 50 см³ – 5 шт., 100 см³ – 2 шт., 250 см³ – 1 шт.

4.1.5 Пипетки градуированные 2-го класса точности типа 1 и 3 исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227 вместимостью: 1 см³ – 2 шт., 2 см³ – 1 шт.; 5 см³ – 2 шт., 10 см³ – 2 шт.

4.1.6 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169 вместимостью: 5 см³ – 1 шт.; 10 см³ – 2 шт.; 50 см³ – 1 шт., 100 см³ – 1 шт.

4.1.7 Цилиндры мерные 2-го класса точности исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770 вместимостью: 25 см³ – 1 шт., 50 см³ – 1 шт., 100 см³ – 1 шт., 250 см³ – 1 шт., 500 см³ – 1 шт.

4.1.8 Колбы конические Кн (или колбы плоскодонные П) исполнения 2 по ГОСТ 25336 вместимостью: 100 см³ – 8 шт., 250 см³ – 8 шт.

4.1.9 стаканы типа В исполнения 1 из стекла группы ТХС по ГОСТ 25336 вместимостью: 250 см³ – 1 шт., 600 см³ – 1 шт.

4.1.10 стаканчики для взвешивания (бюксы) типа СВ-19/9 или СВ-24/10 по ГОСТ 25336 – 2 шт.

4.1.11 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336 диаметром 36 мм – 6 шт., 56 мм – 6 шт.

4.1.12 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.

4.1.13 Посуда стеклянная (в т.ч. из тёмного стекла) для отбора проб и хранения растворов вместимостью 0,1; 0,5 дм³.

4.1.14 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для отбора проб и хранения растворов вместимостью 0,5 и 1,0 дм³.

4.1.15 Шпатель.

4.1.16 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.17 Электроплитка с закрытой спиралью и потребляемой мощностью по ГОСТ 14919.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в т.ч. импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведённых в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Натрий дифосфат 10-водный (натрий фосфорнокислый пиро 10-водный) по ГОСТ 342, ч.д.а.

4.2.2 Кислота аскорбиновая фармакопейная.

4.2.3 Калий сурьмяно-виннокислый (антимонилтарtrat калия) по [1], ч.д.а. (допускается ч.).

4.2.4 Аммоний молибденовокислый (молибдат аммония) по ГОСТ 3765, ч.д.а.

4.2.5 Фенолфталеин по [2], ч.д.а.

4.2.6 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328, ч.д.а.

4.2.7 Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

4.2.8 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.2.9 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а.

4.2.10 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

4.2.11 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный по ГОСТ Р 55878 любого сорта.

4.2.12 Мембраны «Владипор» типа МФАС-ОС-2, 0,45 мкм по [3] (далее – мембранные фильтры) или другого типа с равноценными характеристиками.

4.2.13 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по [4].

Примечание – Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Для определения полифосфатного фосфора (полифосфатов) их предварительно переводят в ортофосфаты кипячением с серной кислотой. В полученном растворе находят сумму орто- и полифосфатного фосфора (фосфор минеральный). Определение ортофосфатов фотометрическим методом основано на взаимодействии их с молибдатом аммония в кислой среде с образованием молибдофосфорной гетерополикислоты, которая затем восстанавливается аскорбиновой кислотой в присутствии антимоилтартрата калия до интенсивно окрашенной молибденовой сини. Максимум оптической плотности образовавшегося соединения наблюдается при 882 нм. Массовую концентрацию полифосфатного фосфора вычисляют по разности между концентрацией фосфора минерального и фосфатного фосфора.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

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

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

6.4 Вредные вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Особых требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории не менее 6 мес и освоивших методику.

8 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор и хранение проб

Отбор проб для определения полифосфатного фосфора производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 59024. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 59024. Пробы помещают в стеклянную посуду, полиэтиленовая посуда допускается только при консервации пробы замораживанием.

Для измерения массовой концентрации растворённого полифосфатного фосфора фильтрование проб осуществляют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм сразу после отбора пробы. При фильтровании первые порции фильтрата следует отбросить. Объём отбираемой пробы не менее 250 см³. Для измерения массовой концентрации общего полифосфатного фосфора (суммарного содержания растворенных и взвешенных форм) пробу не фильтруют.

Вследствие биохимической неустойчивости соединений фосфора анализ должен быть выполнен в течение 4 ч после отбора пробы. Если это требование не выполняется, пробу консервируют, добавляя 4 см³ хлороформа на 1 дм³ пробы воды, и хранят при температуре от 3 °С до 5 °С не более 3 сут. Более длительное хранение возможно при замораживании пробы. Следует иметь в виду, что использование консервации не даёт гарантии полной сохранности проб.

9.2 Подготовка посуды для определения полифосфатного фосфора

Посуду, используемую для определения полифосфатного фосфора обрабатывают горячим 5 %-ным раствором соляной кислоты, после чего тщательно промывают дистиллированной водой. Новую посуду или посуду после анализа сильно загрязнённых проб (кроме пластиковой) заливают концентрированной серной кислотой, выдерживают 2 ч, затем промывают водой. Синий налёт молибденовой сини на стенках колб можно устранить промыванием 10 %-ным раствором гидроксида натрия.

Использовать посуду для определения других показателей состава и свойств воды не рекомендуется.

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Раствор серной кислоты, 34 %-ный по объёму

В термостойкий стакан, содержащий 330 см³ дистиллированной воды, осторожно при непрерывном перемешивании приливают 170 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствор переносят в толстостенную склянку.

Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.3.2 Раствор серной кислоты, 2,5 моль/дм³

В термостойкий стакан, содержащий 440 см³ дистиллированной воды, при непрерывном перемешивании осторожно приливают 70 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор применяют после охлаждения.

Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.3.3 Раствор молибдата аммония

Растворяют 20 г молибдата аммония в 500 см³ дистиллированной воды (для ускорения процедуры допускается растворять в тёплой дистиллированной воде). Если соль не растворяется, оставляют раствор до следующего дня. Если раствор остаётся мутным, его фильтруют через бумажный фильтр «белая лента».

Хранят раствор в посуде из тёмного стекла не более 1 мес.

9.3.4 Раствор аскорбиновой кислоты

Растворяют 1,76 г аскорбиновой кислоты в 100 см³ дистиллированной воды. Используют раствор в день приготовления.

9.3.5 Раствор соляной кислоты, 5 %-ный

Приливают 50 см³ концентрированной соляной кислоты к 360 см³ дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.3.6 Раствор антимоилтартрата калия

Растворяют 0,274 г антимоилтартрата калия в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в посуде из тёмного стекла, используют до появления белого хлопьевидного осадка.

9.3.7 Смешанный реактив

В стакан вместимостью 600 см³ отбирают мерными цилиндрами 125 см³ раствора серной кислоты, 2,5 моль/дм³, 37,5 см³ раствора молибдата аммония, 75 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 12,5 см³ раствора антимоилтартрата калия. Полученную смесь тщательно перемешивают. Используют раствор в день приготовления.

9.3.8 Раствор фенолфталеина, 1 %-ный

Растворяют 0,4 г фенолфталеина в 50 см³ этилового спирта. Хранят в тёмной плотно закрытой склянке.

9.3.9 Раствор гидроксида натрия, 10 %-ный

Растворяют 25 г гидроксида натрия в 225 см³ дистиллированной воды. Срок хранения в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не ограничен.

9.3.10 Раствор тиосульфата натрия, 12 г/дм³

Растворяют 1,2 г тиосульфата натрия в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в тёмной склянке не более 3 мес.

9.3.11 Раствор для компенсации собственной оптической плотности воды

Смешивают 42 см³ раствора серной кислоты, 2,5 моль/дм³, 17 см³ дистиллированной воды и 25 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Полученную смесь тщательно перемешивают. Раствор хранению не подлежит, используют в день приготовления.

9.4 Приготовление градуировочных растворов из аттестованной смеси

В качестве градуировочных растворов используют аттестованные растворы АР1-П, АР2-П, АР3-П, процедура приготовления которых из дифосфата натрия приведена в приложении А. Допускается применение других солей полифосфатов с аналогичным содержанием основного вещества.

9.5 Установление градуировочных зависимостей

9.5.1 Для приготовления градуировочных образцов в диапазоне массовых концентраций полифосфатного фосфора от 0,010 до 0,200 мг/дм³ в мерные колбы вместимостью 50 см³ градуированными пипетками типа 1 вместимостью 1, 5 и 10 см³ вносят 0,5; 1,0; 3,0; 6,0; 10,0 см³ градуировочного раствора с массовой концентрацией полифосфатного фосфора 1,000 мг/дм³, затем доводят объёмы растворов до меток на колбах дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация полифосфатного фосфора в полученных градуировочных образцах составит 0,0100; 0,0200; 0,0600; 0,0120; 0,200 мг/дм³.

9.5.2 Для приготовления градуировочных образцов в диапазоне массовых концентраций полифосфатного фосфора от 0,200 до 1,000 мг/дм³ в мерные колбы вместимостью 50 см³ градуированными пипетками типа 1 вместимостью 1, 2, 5 см³ вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ градуировочного раствора с массовой концентрацией полифосфатного фосфора 10,00 мг/дм³, доводят объёмы растворов до меток на колбах дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация полифосфатного фосфора в полученных градуировочных образцах составит 0,200; 0,400; 0,600; 0,800; 1,000 мг/дм³.

9.5.3 Полученные растворы переносят в конические колбы вместимостью 100 см³, добавляют в каждую колбу по 1,0 см³ 34 %-ного раствора серной кислоты, закрывают воронками 56 мм и помещают на электрическую плитку. Минерализацию проводят в течение 0,5 ч, не допуская интенсивного выкипания или разбрызгивания при кипении.

9.5.4 После кипячения пробы охлаждают не менее 0,5 ч, добавляют по две капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют 10 %-ным раствором гидроксида натрия до появления бледно-розовой окраски индикатора. Следует избегать избытка щёлочи.

9.5.5 Переносят содержимое колб в мерные колбы вместимостью 50 см³ через воронки диаметром 36 мм. Колбы дважды ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды, помещая промывную воду в те же мерные колбы, затем доводят объёмы растворов до меток на мерных колбах дистиллированной водой и перемешивают. Далее выполняют действия в соответствии с 10.4-10.9.

9.5.6 Оптическую плотность градуировочных образцов, приготовленных в соответствии с 9.5.1-9.5.5, измеряют относительно дистиллированной воды в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5 и 1 см соответственно. Оптической плотности образцов приписывают массовые концентрации полифосфатного фосфора, указанные в 9.5.1 и 9.5.2.

9.5.7 Одновременно с градуировочными образцами выполняют два параллельных холостых опыта, используя для этого аликвоты дистиллированной воды объёмом по 50 см³. Дальше в холостых пробах выполняют процедуры в соответствии с 9.5.3-9.5.5.

Измеряют оптическую плотность холостых проб в кюветах с соответствующей толщиной поглощающего слоя, рассчитывают среднее арифметическое значение полученных оптических плотностей и вычитают его из оптической плотности градуировочных образцов.

Градуировочные зависимости оптической плотности образцов от массовой концентрации полифосфатного фосфора для каждого из диапазонов рассчитывают методом наименьших квадратов.

9.5.8 Градуировочные зависимости устанавливают при использовании новой партии реактивов молибдата аммония и аскорбиновой кислоты, а также при замене измерительного прибора, но не реже одного раза в год.

9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении нового раствора молибдата аммония. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 9.5.1 и 9.5.2 (не менее трёх для каждого диапазона).

Допускается проводить контроль стабильности только одной градуировочной зависимости (для рабочего диапазона), если вторая зависимость не будет использована для расчёта результатов анализа в данной серии проб.

Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующего условия для всех используемых для контроля градуировочных образцов

$$|X_{\Gamma} - C_{\Gamma}| \leq 2 \sigma_{\Gamma}, \quad (1)$$

где X_{Γ} – результат контрольного измерения массовой концентрации полифосфатного фосфора в образце, мг/дм³;

C_{Γ} – приписанное образцу значение массовой концентрации полифосфатного фосфора, мг/дм³.

Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия выясняют причины

нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочный образец вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации полифосфатного фосфора в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это свидетельствует о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

10 Порядок выполнения измерений

10.1 Пипеткой с одной отметкой вместимостью 100 см^3 отбирают две аликвоты объемом 100 см^3 отфильтрованной анализируемой пробы воды и помещают в 2 конические колбы вместимостью 250 см^3 . Добавляют в каждую колбу по $2,0 \text{ см}^3$ 34 %-ного раствора серной кислоты, закрывают лабораторной воронкой диаметром 56 мм и помещают на электрическую плитку. Минерализацию проводят в течение 0,5 ч, после чего пробу охлаждают до комнатной температуры не менее 0,5 ч.

10.2 Содержимое конических колб после кипячения переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3 через воронки диаметром 36 мм. Конические колбы дважды ополаскивают порциями дистиллированной воды объемом, не превышающим 5 см^3 , помещая промывную воду в те же мерные колбы.

Градуированной пипеткой приливают в каждую мерную колбу по две капли раствора фенолфталеина и по каплям при постоянном перемешивании добавляют раствор гидроксида натрия до появления розовой окраски (следует избегать избытка щёлочи!). Затем объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают.

10.3 Если в пробе появился осадок, её фильтруют через фильтр «белая лента», предварительно промытый горячей дистиллированной водой. Первую порцию фильтрата отбрасывают, из остального фильтрата отбирают 50 см^3 пробы.

10.4 Отобранную из каждой колбы аликвоту объемом 50 см^3 переносят в сухие конические (или плоскодонные) колбы вместимостью 100 см^3 , добавляют градуированной пипеткой по 10 см^3 смешанного реактива и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора относительно дистиллированной воды на спектрофотометре или фотометре с непрерывной развёрткой спектра при длине волны 882 нм или на фотометре, снабженном светофильтрами, – при 670-

750 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 или 1 см в зависимости от массовой концентрации полифосфатного фосфора.

10.5 Одновременно с пробами выполняют холостое измерение, для которого используют две аликвоты дистиллированной воды объемом по 100 см³, подготовленной в соответствии с 10.1, 10.2 и 10.4. В течение рабочего дня достаточно выполнить измерение оптической плотности холостой пробы один раз, если используются одни и те же растворы реактивов.

Измерение оптической плотности холостой пробы выполняют в кюветах с той же толщиной поглощающего слоя, что и анализируемые пробы воды. Измеряют оптическую плотность холостых проб, рассчитывают среднее арифметическое значение полученных оптических плотностей и вычитают его из оптической плотности анализируемых проб.

10.6 Если полученное значение оптической плотности анализируемой пробы превышает таковое для последней точки градуировочной зависимости для диапазона от 0,010 до 0,200 мг/дм³, то проводят измерение оптической плотности в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Если же полученное значение оптической плотности превышает значение таковой для последней точки градуировочной зависимости для диапазона от 0,200 до 1,000 мг/дм³, то проводят повторное определение после соответствующего разбавления пробы. Для этого пипеткой с одной отметкой отбирают аликвоту исходной пробы воды V , помещают её в мерную колбу вместимостью 100 см³ и перемешивают. Отбираемую для разбавления аликвоту следует выбирать таким образом, чтобы кратность разбавления $\eta = \frac{100}{V}$ обеспе-

чивала массовую концентрацию полифосфатного фосфора в пробе в пределах от 0,200 до 1,000 мг/дм³. Далее выполняют действия в соответствии с 10.4.

10.7 Для устранения мешающего влияния мышьяка As (V) при концентрации последнего более 100 мкг/дм³ его восстанавливают, добавляя к 50 см³ пробы 1 см³ раствора тиосульфата натрия, выдерживают 10 мин, затем добавляют смешанный реактив. Измерение оптической плотности следует в этом случае проводить через 10 мин после добавления реактива (не позже!).

10.8. Если проба воды всё ещё слегка мутная (или заметно окрашена) после фильтрования по 10.3, то отдельно проводят измерение собственной оптической плотности анализируемой пробы воды. Для этого добавляют к 25 см³ анализируемой пробы воды 5 см³ раствора для компенсации собственной оптической плотности по 9.3.11. В том случае, когда пробу перед выполнением измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора разбавляли, собственную оптическую плотность следует учитывать также для воды, разбавленной в той же пропорции.

10.9 При достаточно высокой концентрации полифосфатного фосфора уменьшить влияние указанных веществ можно разбавлением пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы концентрация полифосфатного фосфора после разбавления составляла не менее 0,010 мг/дм³.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Рассчитывают оптическую плотность A_x , соответствующую массовой концентрации фосфора минерального в анализируемой пробе воды

$$A_x = A - \bar{A}_1, \quad (2)$$

где A – значение оптической плотности анализируемой пробы воды;

\bar{A}_1 – среднее арифметическое значение оптической плотности холостого опыта.

11.2 Массовую концентрацию фосфора минерального в анализируемой пробе воды X_m , мг/дм³, вычисляют по градуировочной зависимости согласно полученному значению A_x .

Если измерение проводят в разбавленной пробе воды, массовую концентрацию фосфора минерального в исходной пробе воды X_m , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X_m = X_{гр} \cdot \eta, \quad (3)$$

где $X_{гр}$ – массовая концентрация фосфора минерального в разбавленной пробе, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм³;

η – степень разбавления пробы, если разбавление не проводили по 10.6, то $\eta = 1$.

11.3 Массовую концентрацию полифосфатного фосфора X , мг/дм³, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X = X_m - X_{ф.ф.}, \quad (4)$$

где $X_{ф.ф.}$ – массовая концентрация фосфатного фосфора, найденная, например, в соответствии с РД 52.24.382 или другой методикой (выраженная в пересчёте на массовую концентрацию элемента, а не иона), мг/дм³.

12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерения массовой концентрации полифосфатного фосфора в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 (P = 0,95), \quad (5)$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение двух результатов измерений, разность между которыми не превышает предела повторяемости r ($2,77 \cdot \sigma_r$), мг/дм³. При превышении предела повторяемости следует поступать в соответствии с 13.2;

$\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации полифосфатного фосфора, мг/дм³, в соответствии с таблицей 2.

Абсолютные погрешности результатов измерений представляют числом, содержащим не более двух значащих цифр. Наименьшие разряды числовых значений результатов измерений принимают такими же, как и наименьшие разряды числовых значений абсолютных погрешностей результатов измерений.

12.2 Допустимо представлять результат в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_n (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_n < \Delta, \quad (6)$$

где $\pm \Delta_n$ – границы абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм³.

12.3 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале по формам, приведённым в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

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

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности повторяемости и погрешности.

13.1.2 Периодичность оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры кон-

троля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют измерения в соответствии с разделом 10.

13.2.2 Результат контрольной процедуры r_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$r_k = |X_1 - X_2|, \quad (7)$$

где X_1 , X_2 – результаты измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора, мг/дм³.

13.2.3 Предел повторяемости r_n , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2,77 \cdot \sigma_r, \quad (8)$$

где σ_r – показатель повторяемости, мг/дм³ (в соответствии с таблицей 2).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_k \leq r_n. \quad (9)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (9) выполняют ещё два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля. В случае превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5).

13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб применяют, если массовая концентрация полифосфатного фосфора в рабочей пробе превышает 0,500 мг/дм³. В противном случае используют метод добавок, приведённый в 13.4.

13.3.2 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путём сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

13.3.3 Результат контрольной процедуры K_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_k = X'' + \left(\frac{200}{V} - 1 \right) \cdot X' - X - C_d, \quad (10)$$

где X'' – результат контрольного измерения массовой концентрации полифосфатного фосфора в пробе, разбавленной в $\frac{200}{V}$ раз, с известной добавкой, мг/дм³;

X' – результат контрольного измерения массовой концентрации полифосфатного фосфора в пробе, разбавленной в $\frac{200}{V}$ раз, мг/дм³;

X – результат измерения массовой концентрации фосфатного фосфора в рабочей пробе, мг/дм³;

C_d – концентрация добавки, мг/дм³.

13.3.4 Норматив контроля K , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{\text{лх}}^2 + \left(\frac{200}{V} - 1 \right)^2 \cdot \Delta_{\text{лх}'}^2 + \Delta_{\text{лх}}^2}, \quad (11)$$

где $\Delta_{\text{лх}}''$ ($\Delta_{\text{лх}'}$, $\Delta_{\text{лх}}$) – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие концентрации полифосфатного фосфора в разбавленной пробе с добавкой (разбавленной пробе, рабочей пробе), мг/дм³.

Примечание – Допустимо для расчёта норматива контроля использовать значения абсолютной погрешности, полученные расчётным путём по формулам $\Delta_{\text{лх}}'' = 0,84 \cdot \Delta_{\text{х}}''$, $\Delta_{\text{лх}'} = 0,84 \cdot \Delta_{\text{х}'}$ и $\Delta_{\text{лх}} = 0,84 \cdot \Delta_{\text{х}}$, где $\Delta_{\text{х}}''$ ($\Delta_{\text{х}'}$, $\Delta_{\text{х}}$) – приписанные методике значения абсолютной погрешности результатов измерений, соответствующие концентрации полифосфатного фосфора в разбавленной пробе с добавкой (разбавленной пробе, рабочей пробе), мг/дм³.

13.3.5 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (12)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.4 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.4.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путём сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры K_{K_1} с нормативом контроля K_1 .

13.4.2 Результат контрольной процедуры K_{K_1} , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_{K_1} = X' - X - C_d, \quad (13)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации полифосфатного фосфора в пробе с известной добавкой, мг/дм³;

X – результат измерения массовой концентрации полифосфатного фосфора в рабочей пробе, мг/дм³;

C_d – концентрация добавки, мг/дм³.

13.4.3 Норматив контроля погрешности K_1 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_1 = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \quad (14)$$

где $\Delta_{лх'}$, $(\Delta_{лх})$ – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации полифосфатного фосфора в пробе с добавкой (рабочей пробе), мг/дм³.

Примечание – Допустимо для расчёта норматива контроля использовать значения абсолютной погрешности, полученные расчётным путём по формулам $\Delta_{лх'} = 0,84 \cdot \Delta_{х'}$ и $\Delta_{лх} = 0,84 \cdot \Delta_{х}$, где $\Delta_{х'}$ и $\Delta_{х}$ – приписанные методике значения абсолютной погрешности, соответствующие концентрациям определяемого полифосфатного фосфора в пробе с добавкой и рабочей пробе, соответственно, мг/дм³.

13.4.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_{K_1}| \leq K_1, \quad (15)$$

процедуру признают удовлетворительной.

13.4.5 При невыполнении условия (15) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (15) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R . 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

$$R = 2,77 \sigma_R . \quad (16)$$

где σ_R – показатель воспроизводимости, мг/дм³ (в соответствии с таблицей 2).

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5) или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А (обязательное)

Методика приготовления аттестованных растворов дифосфата натрия АР1-П, АР2-П и АР3-П для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов дифосфата натрия, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации полифосфатного фосфора в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Метрологические характеристики аттестованных растворов

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора		
	АР1-П	АР2-П	АР3-П
Аттестованное значение массовой концентрации полифосфатного фосфора, мг/дм ³	100,0	10,00	1,000
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации полифосфатного фосфора ($P=0,95$), мг/дм ³	±1,2	±0,13	±0,014

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770 вместимостью: 100 см³ – 2 шт., 250 см³ – 1 шт.

А.3.3 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169 вместимостью 10 см³ – 2 шт.

А.3.4 Стаканчик для взвешивания бюкс СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

А.3.5 Воронка лабораторная, тип В по ГОСТ 25336 диаметром 56 мм.

А.3.6 Шпатель.

А.3.7 Склянки из тёмного стекла для хранения растворов вместимостью 0,25; 0,5 дм³.

А.3.8 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Натрий дифосфат 10-водный (натрий фосфорнокислый пиро 10-водный) по ГОСТ 342, ч.д.а. Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

А.5.1 Приготовление основного аттестованного раствора АР1-П

Для приготовления аттестованного раствора АР1-П взвешивают на весах специального класса точности в бюксе 0,1801 г дифосфата натрия. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в дистиллированной воде, полученной и хранящейся не более 3 сут, доводят объём раствора до метки на колбе и перемешивают. Переносят раствор в склянку из тёмного стекла с хорошо притёртой стеклянной или пластиковой пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию полифосфатного фосфора 100,0 мг/дм³.

При отборе навески дифосфата натрия, отличной от значения 0,1801 г, концентрации и погрешности аттестованного раствора АР1-П рассчитывают по А.6.1

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-П

Пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см³ отбирают 10,0 см³ раствора АР1-П и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой, полученной и хранящейся не более 3 сут, и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию полифосфатного фосфора 10,00 мг/дм³.

А.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР3-П

Пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см³ отбирают 10,0 см³ раствора АР2-П, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки на колбе дистиллированной водой, полученной и хранящейся не более 3 сут, и перемешивают. Переносят раствор в тёмную склянку с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию полифосфатного фосфора 1,001 мг/дм³.

А.6 Расчёт метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора АР1-П

А.6.1.1 Аттестованное значение массовой концентрации полифосфатного фосфора C_1 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 30,974 \cdot 2 \cdot 1000}{V \cdot 446,05}, \quad (\text{A.1})$$

где m – масса навески дифосфата натрия, г;
 V – вместимость мерной колбы, дм³;
 30,974 и 446,05 – молярная масса фосфора и дифосфата натрия, соответственно, г/моль;
 1000 – коэффициент перевода граммов в миллиграммы, мг/г.

А.6.1.2 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации полифосфатного фосфора в аттестованном растворе АР1-П Δ_1 , мг/дм³, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где $\Delta\mu$ – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ , %;
 μ – массовая доля основного вещества дифосфата натрия в реактиве, приписанная реактиву квалификации «ч.д.а.», %;
 Δm – предельная возможная погрешность взвешивания, г;
 ΔV – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³.

А.6.1.3 Погрешность установления массовой концентрации полифосфатного фосфора в аттестованном растворе АР1-П равна

$$\Delta_1 = 100,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,0}{99,0}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{0,1801}\right)^2 + \left(\frac{0,30}{250}\right)^2} = 1,2 \text{ мг/дм}^3.$$

А.6.2 Расчёт метрологических характеристик рабочего аттестованного раствора АР2-П

А.6.2.1 Аттестованное значение массовой концентрации полифосфатного фосфора C_2 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}, \quad (\text{A.3})$$

РД 52.24.538-2021

где V_1 – объём раствора АР1-П, отбираемый пипеткой, см³;
 V_2 – вместимость мерной колбы, см³.

А.6.2.2 Аттестованное значение массовой концентрации полифосфатного фосфора в растворе АР2-П равно

$$C_2 = \frac{100,0 \cdot 10,0}{100} = 10,00 \text{ мг/дм}^3.$$

А.6.2.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации полифосфатного фосфора в аттестованном растворе АР2-П Δ_2 , мг/дм³, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (\text{A.4})$$

где Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения объёма V_1 от номинального значения, см³;

Δ_{V_2} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³.

А.6.2.4 Погрешность установления массовой концентрации полифосфатного фосфора в аттестованном растворе АР2-П равна

$$\Delta_2 = 10,00 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,2}{100,0}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,13 \text{ мг/дм}^3.$$

А.6.3 Расчёт метрологических характеристик рабочего аттестованного раствора АР3-П

А.6.3.1 Аттестованное значение массовой концентрации полифосфатного фосфора C_3 , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_1}{V_2} \quad (\text{A.5})$$

А.6.3.2 Аттестованное значение массовой концентрации полифосфатного фосфора в растворе АР3-П равно

$$C_3 = \frac{10,00 \cdot 10,0}{100} = 1,000 \text{ мг/дм}^3.$$

А.6.3.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации полифосфатного фосфора в аттестованном растворе АР3-П Δ_3 , мг/дм³, выполняют по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_2}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2} \quad (\text{A.6})$$

А.6.3.4 Погрешность установления массовой концентрации полифосфатного фосфора в аттестованном растворе АРЗ-П равна

$$\Delta_3 = 1,000 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,13}{10,00}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,014 \text{ мг/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации исполнителей

Аттестованный раствор может готовить специалист с высшим или средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованного раствора, массовой концентрации полифосфатного фосфора, погрешности её установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-П хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке не более 5 дней. Аттестованные растворы АР2-П и АР3-П хранению не подлежат.

Библиография

- | | | |
|-----|--|--|
| [1] | Технические условия
ТУ 6-09-803–76 | Калий сурьмяно-виннокислый |
| [2] | Технические условия
ТУ 6-09-5360–88 | Фенолфталеин, индикатор чистый
для анализа |
| [3] | Технические условия
ТУ 2265-011-43153636–2015 | Мембраны «Владипор» типа
МФАС-ОС |
| [4] | Технические условия
ТУ 6-09-1678–95 | Фильтры бумажные обеззоленные
«белая лента» |

Ключевые слова: полифосфатный фосфор, природная вода, смешанный реактив, массовая концентрация, методика измерений, фотометрический метод

Лист регистрации изменений

Порядковый номер изменения	Номер страницы				Номер регистрации изменения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	изменённой	заменённой	новой	аннулированной			внесения изм.	введения изм.