

**МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
В.Ф. Костин
Карта 1996 г.



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
МОЛИБДЕНА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С РОДАНИДОМ АММОНИЯ.**

ПНД Ф 14.1:2.47—96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

**Москва 1996 г.
(издание 2004 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ.



С. В. Маркин

Г. М. Цветков

Разработчик: ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России – ФГУ «ФЦАМ» (ранее ГУАК Минприроды РФ и ФГУ «ЦЭКА» МПР России).

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.022/2004 в МВИ внесены изменения (Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения в них ионов молибдена при массовой концентрации от 0,04 до 4,0 мг/дм³ фотометрическим методом с роданидом аммония

Если массовая концентрация ионов молибдена в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация ионов молибдена соответствовала регламентированному диапазону.

Мешающее влияние, обусловленное присутствием в пробе ионов вольфрама и железа, устраняется специальной подготовкой пробы (см. п.9)

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации ионов молибдена основан на взаимодействии молибдена (V) с роданид-ионами с образованием интенсивно окрашенного в карминово-красный цвет комплекса с максимумом светопоглощения при длине волны $\lambda = 470$ нм. Восстановление $\text{Mo}^{(6+)}$ до $\text{Mo}^{(5+)}$ проводят тиокарбамидом. Чтобы каталитически ускорить восстановление молибдена, в анализируемый раствор вводят в небольшом количестве соль меди.

Для анализа низких содержаний молибдена (0,04-0,60) мг/дм³ в анализируемой воде предлагается экстракционно-фотометрический метод

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1

**Значения показателей точности, повторяемости и
воспроизводимости методики**

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %
от 0,04 до 0,05 вкл.	35	10	14
св. 0,05 до 0,10 вкл.	24	8	10
св. 0,10 до 1,0 вкл.	15	5	6
св. 1,0 до 4,0 вкл.	10	3	4

Значения показателя точности методики используют при.

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией,
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний,
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотозлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 470$ нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм

Весы лабораторные, 2 класса точности, по ГОСТ 24104

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16.0.801.397

ГСО с аттестованным содержанием молибдена с погрешностью не более 1,0% при $P=0,95$

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-25(50;100)-2;

2-500(1000)-2 по ГОСТ 1770

Колбы конические Кн-1-200(500) по ГОСТ 19908

Пипетки мерные с делениями 0,1 см 6(7)-2-5(10);

4(5)-2-2 по ГОСТ 29227^а

Стаканы для взвешивания Н-1-50 ТХС по ГОСТ 25336

Цилиндры мерные 3-10(50) по ГОСТ 1770

Воронки делительные ВД-1(3)-50 ХС по ГОСТ 25336

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 250 см³ для отбора и хранения проб.

3.3. Реактивы

Медь сернокислая, 5-водная по ГОСТ 4165

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067

Тиомочевина (тиокарбамид) по ГОСТ 6344

Соляная кислота по ГОСТ 3118

Серная кислота по ГОСТ 4204

Лимонная кислота по ГОСТ 3652

Винная кислота по ГОСТ 5817

Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат) по ГОСТ 22300

Изоамиловый спирт по ГОСТ 5830

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181

Бумага индикаторная лакмусовая нейтральная, ТУ 6-09-3404

~~Все реактивы должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.~~

4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

4.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

4.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой экстракционно-фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

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

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

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

напряжение сети (220 ± 10) В;

частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".⁶

7.1. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 50 см^3 .

7.2. Пробы не консервируют, анализ проводят в день отбора проб.

7.3. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указываются:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место и время отбора,

номер пробы,

должность, фамилия отбирающего пробу, дата

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации

8.2. Приготовление реактивов

8.2.1. Приготовление раствора сульфата меди.

Навеску сульфата меди (9,83 г) помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой.

8.2.2. Приготовление 10%-ного раствора тиокарбамида.

Навеску тиокарбамида 10,0 г помещают в коническую колбу и растворяют в 90,0 см³ дистиллированной воды

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.2.3. Приготовление 50%-ного раствора роданида аммония.

Навеску роданида аммония 50,0 г помещают в коническую колбу и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды

8.2.4. Приготовление 5%-ного раствора серной кислоты.

28 см³ концентрированной серной кислоты растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.2.5. Приготовление промывного раствора.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 30 см³ разбавленной (1 2) серной кислоты, 25 см³ 10%-ного раствора тиокарбамида и доводят до метки дистиллированной водой.

8.3. Приготовление градуировочных растворов ионов молибдена

8.3.1. Приготовление основного градуировочного раствора молибдена из ГСО с аттестованным содержанием, молибдена.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией 1 см³ раствора должен содержать 0,01 мг молибдена.

Раствор готовят в день проведения анализа

8.3.2. Приготовление рабочего градуировочного раствора.

Помещают 10 см³ основного градуировочного раствора, приготовленного из ГСО, в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки 5%-ным раствором серной кислоты. 1 см³ раствора содержит 0,002 мг молибдена

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.4. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы с массовой концентрацией ионов молибдена от 0,04 до 4,0 мг/дм³. Условия анализа должны соответствовать п.6.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2 Погрешность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки, не превышает 2,5%.

При построении градуировочного графика 1 аликвотные части основного градуировочного раствора (см табл. 2) помещают в мерные колбы вместимостью 25 см³, добавляют дистиллированную воду до 10 см³ и проводят анализ по п. 10.1.

При построении градуировочного графика 2 аликвотные части рабочего градуировочного раствора (см табл 2) помещают в мерные колбы вместимостью 25 см³, доводят до метки дистиллированной водой, затем отбирают по 10 см³ каждого раствора и помещают в делительные воронки вместимостью 50 см³. Анализ проводят по п. 10.2

Измеряют оптическую плотность полученных растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм, при длине волны $\lambda = 470$ нм.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Массовая концентрация ионов молибдена в градуировочных растворах в мг/дм ³	Аликвотная часть раствора (см ³), помещаемая в мерную колбу на 25 см ³	
		Основной раствор с концентрацией 0,01 мг/см ³ (градуиров. график 1)	Рабочий раствор с концентрацией 0,002 мг/см ³ (градуиров. график 2)
1	0,00	0,00	0,00
2	0,04		0,50
3	0,08		1,00
4	0,16		2,00
5	0,24		3,00
6	0,40		5,00
7	0,48		6,00
8	0,60		7,50
9	0,80	2,00	10,00
10	1,20	3,00	
11	1,60	4,00	
12	2,00	5,00	
13	2,40	6,00	
14	3,00	7,50	
15	4,00	10,00	

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – величину концентрации вещества в мг/дм³.

8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене партии реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \leq 1,96 \sigma_{R_L},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации молибдена в образце для градуировки,

C – аттестованное значение массовой концентрации молибдена,

σ_{R_L} – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_L} = 0,84 \sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа

Значения σ_R приведены в таблице 1

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. Мешающее влияние вольфрама маскируют введением винной или лимонной кислоты.

9.2. В экстракционном варианте метода мешающее влияние может оказывать железо, которое частично переходит в экстракт. Для его удаления раствор промывают раствором тиокарбамида.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Вариант 1

Отбирают 10 см³ анализируемой пробы с содержанием молибдена от 0,10 до 0,01 мг в пробе. Если содержание молибдена превышает 0,10 мг, отбирают меньший объем пробы. Пробу помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³ и, если необходимо, добавляют дистиллированную воду до 10 см³. Добавляют разбавленную (1:2) серную кислоту до слабокислой реакции по лакмусовой бумаге и еще 7 см³, приливают 2 см³ раствора сульфата меди (п.8.2.1.), 5 см³ раствора тиокарбамида (п. 8.2.2.) и, если присутствует вольфрам, 0,5 г винной или лимонной кислоты. Перемешивают и оставляют на 10 минут. Затем вводят 0,5 см³ раствора роданида аммония (п.8.2.3.), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Светопоглощение полученного раствора измеряют при длине волны $\lambda = 470$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм против холостого раствора. Содержание молибдена в мг/дм³ находят по градуировочному графику 1.

10.2. Вариант 2 (экстракционно-фотометрический)

Отбирают 10 см³ анализируемой пробы с содержанием молибдена от 0,001 до 0,015 мг в пробе. Пробу помещают в делительную воронку вместимостью 50 см³, добавляют все указанные в п. 10.1 реактивы, приливают 5 см³ этилацетата или изоамилового спирта и встряхивают 1 минуту. Дают жидкости расслоиться, сливают водный слой, а слой органического растворителя промывают 10 см³ промывного раствора (п.8.2.5). Переносят его в кювету фотометра и измеряют светопоглощение раствора при длине волны $\lambda = 470$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм против холостой пробы. Содержание молибдена в мг/дм³ находят по градуировочному графику 2.

При анализе пробы воды выполняют не менее двух параллельных определений.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработку результатов анализа массовых концентраций молибдена в пробах природных и сточных вод проводят по формуле:

1. Вариант 1

$$X = \frac{C \cdot 25}{V},$$

где C - концентрация молибдена, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

25 - объем, до которого была разбавлена проба, см³;

V - объем, взятый для анализа, см³.

2. Вариант 2 (экстракционно-фотометрический)

$$X = C,$$

где C - концентрация молибдена, найденная по градуировочному графику, мг/дм³.

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

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

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq r \cdot (X_1 + X_2)/200, \quad (1)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3

Таблица 3

Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,04 до 0,05 вкл.	28
св. 0,05 до 0,10 вкл.	22
св. 0,10 до 1,0 вкл.	14
св. 1,0 до 4,0 вкл.	9

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4

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 0,04 до 0,05 вкл.	39
св. 0,05 до 0,10 вкл.	28
св. 0,10 до 1,0 вкл.	17
св. 1,0 до 4,0 вкл.	11

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

12.1. Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{cp} \pm \Delta$, $P=0,95$,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{cp} \pm \Delta_n$, $P=0,95$, при условии $\Delta_n < \Delta$, где

X_{cp} - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_n$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

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

12.2. В том случае, если массовая концентрация молибдена в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация молибдена соответствовала регламентированному диапазону.

Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{cp} \pm \Delta'$, $P=0.95$, где $\pm \Delta'$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | X'_{cp} - X_{cp} - C_d |$$

где X'_{cp} – результат анализа массовой концентрации молибдена в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

X_{cp} – результат анализа массовой концентрации молибдена в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{л, X'_{cp}}^2 + \Delta_{л, X_{cp}}^2},$$

где $\Delta_{л, X'_{cp}}$, $\Delta_{л, X_{cp}}$ – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации молибдена в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_k = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | C_{cp} - C |$$

где C_{cp} – результат анализа массовой концентрации молибдена в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

где $\pm \Delta_n$ – характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_n = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_k \leq K \tag{3}$$

При невыполнении условия (3) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение (рекомендуемое)

Форма записи результатов анализа

Проба	Наименование компонента	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
			Фактическое	Допускаемое	
1	2	3	4	5	6

1.
2.
среднее.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ**

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» -
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

620219, Екатеринбург,
ГСП-824,
ул. Красноармейская, 4, каб. 224

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: paneva@unim.ru

«THE URALS RESEARCH
INSTITUTE FOR
METROLOGY» -
STATE SCIENTIFIC
METROLOGICAL CENTRE

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str.,
620219, GSP-824, Ekaterinburg,
Russia

Факс: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: paneva@unim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.022/ 2004
CERTIFICATE**

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации молибдена в природных и сточных водах фотометрическим методом с роданидом аммония,

разработанная ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г. Москва),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0.95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %
от 0.04 до 0.05 вкл.	35	10	14
св. 0.05 до 0.10 вкл.	24	8	10
св. 0.10 до 1.0 вкл.	15	5	6
св. 1.0 до 4.0 вкл.	10	3	4

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности $P=0.95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R , %
от 0.04 до 0.05 вкл.	28	39
св. 0.05 до 0.10 вкл.	22	28
св. 0.10 до 1.0 вкл.	14	17
св. 1.0 до 4.0 вкл.	9	11

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004

Зам. директора по научной работе

И.Е.Добровинский

