

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

"УТВЕРЖДАЮ"



Заместитель Министра

В.Ф. Костин

Магист 1996 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
ИОНОВ КОБАЛЬТА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С НИТРОЗО-Р-СОЛЬЮ.**

ПНД Ф 14.1:2.44—96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

**Москва 1996 г.
(издание 2004 г.)**

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 – ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.019/2004 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 кобальта при массовой концентрации от 0,01 до 0,50 мг/дм³ фотометрическим методом с нитрозо-R-солью

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

Мешающее влияние, обусловленное присутствием в пробе меди, никеля, железа, цианидов перекиси, персульфатов и восстановителей, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п 9)

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации ионов кобальта основан на взаимодействии ионов кобальта с нитрозо-R-солью (1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфонатом натрия) с образованием окрашенного соединения состава $\text{Co}(\text{C}_{10}\text{H}_4\text{ONO}(\text{NaSO}_3)_2)_3$. Реакцию проводят в уксусно-ацетатной среде при pH близком к 5,5. Мешающее влияние окраски самого реактива устраняется измерением оптической плотности при $\lambda = 520 \text{ нм}$.

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Диапазон измерений, 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 среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %
от 0,01 до 0,05 вкл.	39	13	15
св. 0,05 до 0,50 вкл.	23	8	9

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 фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 520$ нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 30 мм

ГСО с аттестованным содержанием кобальта с погрешностью не более 1%

Весы лабораторные, 2 класса точности, по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-25(50;100)-2 по ГОСТ 1770

Колбы конические Кн-1-200(100) по ГОСТ 25336

Пипетки мерные 6(7)-2-5(10), по ГОСТ 29227^а

Стаканы для взвешивания Н-1-150 ТСХ по ГОСТ 25336

Цилиндры 3-25(50,100), по ГОСТ 1770

Выпарительные чашки 3(4) вместимостью 100 и 150 см³ по ГОСТ 25336

3.3. Реактивы

Нитрозо-Р-соль по ГОСТ 10553

Натрия ацетат по ГОСТ 199

Кислота серная по ГОСТ 4204

Кислота азотная по ГОСТ 4461

Перекись водорода 30% по ГОСТ 10929

Метиловый оранжевый, индикатор по ГОСТ 10816

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181

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

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".^Ф

7.1. Посуду для отбора проб тщательно моют хромовой смесью и промывают дистиллированной водой

7.2. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 150 см^3

7.3. Пробу анализируют в день отбора проб или консервируют, прибавляя 5 см^3 концентрированной азотной кислоты на 1 дм^3 пробы

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

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

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

8.2. Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1. Приготовление 0,1% -ого раствора нитрозо-R-соли.

Навеску 0,1 г нитрозо-R-соли помещают в колбу и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, далее переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в сосуде из темного стекла.

8.2.2. Приготовление 50% раствора ацетата натрия.

Навеску 50 г ацетата натрия помещают в колбу и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды.

8.3. Приготовление растворов ионов кобальта из ГСО с аттестованным содержанием кобальта

8.3.1. Приготовление основного раствора ионов кобальта.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

В 1 см³ раствора должно содержаться 5 мкг кобальта. Раствор готовят в день проведения анализа.

8.3.2. Приготовление рабочего раствора ионов кобальта.

Раствор готовят из основного раствора путем разбавления.

1 см³ раствора должен содержать 0,5 мкг кобальта. Раствор готовят в день проведения анализа.

8.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы с массовой концентрацией кобальта 0,01 - 0,5 мг/дм³. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п. 6 и 10.

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

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Массовая концентрация кобальта в градуировочных растворах в мг/дм ³	Аликвотная часть раствора, помещенная в мерную колбу на 50 см ³	
		Основной раствор с концентрацией 0,005 мг/см ³	Рабочий раствор с концентрацией 0,0005 мг/см ³
1	0,00	0,0	0,0
2	0,01		0,5
3	0,02		1,0
4	0,04		2,0
5	0,06		3,0
6	0,10	0,5	
7	0,20	1,0	
8	0,30	1,5	
9	0,50	2,5	

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 партий 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:

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

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации кобальта в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации кобальта в образце для градуировки;

σ_{R_x} – 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: $\sigma_{R_x} = 0,84 \sigma_R$, 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. Проба содержит медь, никель и железо

Медь, никель и железо образуют с нитрозо- R -солью окрашенные соединения, которые разрушаются при кипячении раствора с азотной кислотой, соединение кобальта при этом не изменяется

9.2. Проба в присутствии комплексных цианидов, роданидов или тиосульфатов

Для устранения мешающего влияния комплексных цианидов, роданидов и тиосульфатов тяжелых металлов отбирают такой объем пробы, чтобы в нем содержалось не более 10 мг цианид-, роданид- и тиосульфат-ионов (а также других окисляемых активным хлором веществ) и приливают 20 см³ раствора гипохлорита, в 1 см³ которого содержится 2,5 мг активного хлора. Раствор гипохлорита можно приготовить, растворяя в воде хлорную известь (8 г на 1 дм³ H_2O), гипохлорит кальция или натрия, или пропуская хлор в раствор едкого натра. Определив в нем содержание активного хлора иодометрическим методом, раствор разбавляют дистиллированной водой до указанной выше концентрации. Дают пробе постоять 5 мин, затем приливают 5 см³ разбавленной (1:3) серной кислоты и кипятят 20 мин.

9.3. Проба в присутствии органических веществ

Для устранения мешающего влияния органических веществ, которые могут образовывать с тяжелыми металлами комплексные соединения, отобранную пробу сразу или по частям переносят в чашку, выпаривают до объема 50 см³, подкисляют концентрированной серной кислотой по метиловому оранжевому, прибавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, 2 см³ 30%-ного пероксида водорода (если проба содержала хроматы, они при этом восстановятся) и продолжают выпаривание до объема 15-20 см³, покрыв, если нужно, чашку часовым стеклом, чтобы избежать разбрызгивания жидкости

Переносят содержимое чашки в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают еще 5 см³ концентрированной азотной кислоты, смывая ею предварительно все, что могло остаться на стенках чашки и добавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты. Затем вносят несколько стеклянных шариков или капилляров, чтобы воспрепятствовать выбрасыванию жидкости толчками во время выпаривания, переносят колбу под тягу и выпаривают на плитке до появления густых паров серной кислоты

Если жидкость не станет бесцветной, приливают еще 10 см³ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты

Охладив раствор до комнатной температуры, его очень осторожно разбавляют дистиллированной водой до 50 см³, приливая воду по стенкам небольшими порциями, перемешивая после добавления каждой порции. Нагревают почти до кипения, чтобы растворить все растворимые соли, и фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель, собирая фильтрат в колбу. Первую колбу промывают двумя порциями по 5 см³ дистиллированной воды, пропуская ее через тот же фильтрующий тигель, чтобы растворить и присоединить к фильтрату оставшиеся в фильтре растворимые частицы. Фильтрат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, обмывая колбу, где он находился, двумя порциями по 5 см³ дистиллированной воды, после чего доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. В полученном растворе, примерно 3 н по серной кислоте, определяют кобальт

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В коническую колбу вместимостью 100 см³ (или кювету) добавляют пробу (25 см³ подготовленной к анализу по п. 9), в которой содержится от 0,25 до 1,25 мг кобальта (25 см³ или меньший объем, разбавленный до 25 см³). Приливают 5 см³ раствора нитрозо-R-соли, 5 см³ раствора ацетата натрия, кипятят 1-2 минуты, затем прибавляют 5 см³ азотной кислоты и снова кипятят 1 минуту

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, разбавляют до метки водой, перемешивают. Полученный раствор переносят в кювету и фотометрируют при $\lambda = 520$ нм по отношению к холостому раствору

При анализе пробы воды выполняют не менее двух параллельных определений

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание кобальта X (мг/дм³) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

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

50- объем, до которого была разбавлена проба, в см³;

V - объем, взятый для анализа (см³).

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 0,01 до 0,05 вкл	36
св 0,05 до 0,50 вкл.	22

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 0,01 до 0,05 вкл	42
св 0,05 до 0,50 вкл	25

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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. $X_{cp} \pm \Delta_a$, $P=0,95$, при условии $\Delta_a < \Delta$, где

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

$\pm \Delta_a$ - 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 кобальта в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация кобальта 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

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

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

X_{φ} – результат анализа массовой концентрации кобальта 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 кобальта 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 $\Delta_{\text{ж}} = 0,84 \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия

$$K_{\kappa} \leq K \quad (2)$$

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_{κ} с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

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

где C_{cp} – результат анализа массовой концентрации кобальта 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: $\Delta_n = 0,84 \Delta$, 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

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

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

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

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

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

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.019 / 2004 CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов кобальта в природных и сточных водах фотометрическим методом с нитрозо-R-солью,

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 0.01 до 0.05 вкл.	39	13	15
св. 0.05 до 0.50 вкл.	23	8	9

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 0.01 до 0.05 вкл.	36	42
св. 0.05 до 0.50 вкл.	22	25

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 регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории

4 Дата выдачи свидетельства 02.02.2004 г.

Зам. директора по научной работе

