4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации перхлората аммония (по перхлорат-иону) в моче потенциометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1. 069 - 13

Издание официальное

Федеральное медико-биологическое агентство

Москва 2013

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. Разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный научный центр Российской Федерации – Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (Болтромеюк Л.П., Власова Л.А., Захарова З.М.).

Генеральный директор - д.м.н., профессор К.В. Котенко

Заместитель Генерального директора по науке и биофизическим технологиям, д.м.н., профессор Н.К. Шандала.

2. Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, Свидетельство об аттестации № 222.0165/01.00258/2012.

3. Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 06 февраля 2013 г. №07).

4. Утверждены и введены в действие заместителем руководителя ФМБА России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям «08» февраля 2013 г.

5. Введены в действие с момента утверждения.

6. Введены взамен МУК 4.1.015-04 «Методические указания по измерению массовой концентрации перхлората аммония (по перхлорат-иону) в моче потенциометрическим методом».

Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения»

«...Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения – состояние здоровья населения, среды обитания человека, при котором отсутствует вредное воздействие факторов среды обитания на человека и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» /статья 1/.

«...Факторы среды обитания – биологические (вирусные, бактериальные, паразитарные и иные), химические, физические (шум, вибрация, ультразвук, инфразвук, тепловые, ионизирующие, неионизирующие и иные излучения), социальные (питание, водоснабжение, условия быта, труда, отдыха) и иные факторы среды обитания, которые оказывают или могут оказывать воздействие на человека и (или) на состояние здоровья будущих поколений...» /статья 1/.

«Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц» /статья 39/.

«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность в соответствии с законодательством Российской Федерации» /статья 55/.

СОДЕРЖАНИЕ

	ПРЕДИСЛОВИЕ	2
1	**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**	4
2	**НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**	5
3	**ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ**	7
4	**ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**	8
	4.1 Физико-химические и токсические свойства перхлората аммония	8
	4.2 Метод измерений	8
	4.3 Требования к показателям точности измерений	9
5	**СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**	9
	5.1 Средства измерений	10
	5.2 Вспомогательные устройства и материалы	10
	5.3 Реактивы	11
6	**ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**	12
7	**ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ**	13
8	**ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**	13
9	**ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**	13
	9.1 Подготовка иономера к работе	13
	9.2 Подготовка ионоселективного электрода и электрода сравнения к работе	13
	9.3 Приготовление растворов	14
	9.3.1 Приготовление раствора хлористого аммония с концентрацией 0,1 моль/дм^3	14
	9.3.2 Приготовление насыщенного раствора хлористого калия	14
	9.3.3 Приготовление аттестованных растворов перхлората аммония (по перхлорат-иону) для построения градуировочного графика	14
	9.3.3.1 Приготовление основного раствора с массовой концентрацией перхлорат-иона 10,0 мг/см^3	14
	9.3.3.2 Приготовление аттестованного раствора с массовой концентрацией перхлорат-иона 1,0 мг/см^3	15
	9.3.3.3 Приготовление раствора перхлората аммония с массовой концентрацией перхлорат-иона 0,1 мг/см^3	15
10	**ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**	16
11	**ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**	16
	11.1 Подготовка проб для анализа и проведение измерений	16
	11.2 Построение градуировочного графика	16
	11.3 Контроль стабильности градуировочных графиков	17
12	**ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	19
13	**ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	20
14	**ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ**	20
15	**КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ**	21
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (рекомендуемое) Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов перхлората аммония (по перхлорат-иону)	23
	БИБЛИОГРАФИЯ	25

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя Федерального
медико-биологического агентства
– Главный государственный санитарный
врач по обслуживаемым организациям и
территориям
В.В. Романов
2013 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации перхлората аммония (по перхлорат-иону) в моче потенциометрическим методом.

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.004 - 13

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля распространяются на методики измерений массовой концентрации перхлората аммония (по перхлорат-иону) в моче.

1.2 В настоящих методических указаниях по методам контроля установлена методика измерений массовой концентрации перхлората аммония (по перхлорат-иону) в моче потенциометрическим методом.

1.3 Методика обеспечивает выполнение измерений в диапазоне концентраций в диапазоне концентраций (18 – 1200) мкг/см^3.

При концентрациях перхлората аммония (по перхлорат-иону) свыше 1200 мкг/см^3 возможно разбавление проб.

1.4 Методические указания по методам контроля предназначены для лабораторий Центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих исследования по определению содержания перхлората аммония в моче, а также могут быть использованы в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы материалы из следующих нормативных документов:

ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению.

ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений.

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 8.417-2002 ГСИ. Единицы величин.

ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы.

ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ. Организация обучения безопасности труда.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-86 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования.

ГОСТ 334-73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия.

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

ГОСТ 3773-72 Аммоний хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4234-77 Калий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия.

ГОСТ 22261-94 Средства измерений электрических и магнитных величин. Общие технические условия.

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

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ Р 1.5-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила, построения, изложения, оформления и обозначения.

ГОСТ Р 8.563-2009 ГСИ. Методики (методы) измерений.

ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

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

ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий.

Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования.

Р 1.1.003-96 Государственная система санитарно- эпидемиологического нормирования. Руководство. Общие требования к построению, изложению и оформлению нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования.

Р ФМБА России 15.45 2010 «Разработка, изложение, представление на согласование и утверждение нормативных и методических документов ФМБА России».

СТ ФГУ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России № 8-1/8-2008 «Порядок разработки, аттестации и утверждения методик выполнения измерений».

СТО ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России № 8.39/01-2010 «Общие требования к порядку метрологических исследований для аттестации методик (методов) измерений».

Примечание – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими им определениями:

аттестация методик (методов) измерений: - исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям /Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»/.

методика (метод) измерений: - совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности /Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»/.

результат измерений: - значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений /ГОСТ Р ИСО 5725-1/.

показатель точности измерений - установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;

методические указания по методам контроля (МУК): - документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения /Р 1.1.002, Р 1.1.003/.

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Физико-химические и токсические свойства перхлората аммония [1]

Химическое название вещества по IUPAC: *Аммония перхлорат*

Молекулярная формула: NH_4ClO_4

Структурная формула: H_4NOClO_3

Молекулярная масса: 117,5

Синонимы: Перхлорат аммония, аммоний хлорнокислый

Регистрационный номер по CAS: 7790-98-9

Перхлорат аммония – кристаллический порошок белого цвета со слабо аммиачным запахом. Температура плавления 145°С, плотность 1,95 г/см^3. Перхлорат аммония растворим в воде при 20°С – 23,4%, при 0°С – 10,73%, водном растворе аммиака при 25°С – 57,8%, плохо растворим в органических растворителях. Для водного раствора с массовой концентрацией 100 мг/дм^3 pH составляет 5,5. В присутствии окисляющихся веществ - взрывается при ударе и трении.

Перхлорат аммония относится к веществам II класса опасности. Обладает общетоксическим эффектом. При длительном ингаляционном (4 мес. в концентрациях 0,04-0,5 мг/м^3) и внутрижелудочном (6–12 мес. в концентрациях 1000, 200, 50 мг/кг) воздействии у животных отмечалось медленно прогрессирующее хроническое отравление: угнетение гормонообразования, развитие дисгормоноза, угнетение тканевого дыхания, нарушение обмена веществ. Не обладает заметными раздражающими свойствами при попадании на кожу и слизистые оболочки глаз, незначительно проникает через неповрежденную кожу.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) перхлората аммония в моче – не установлена.

4.2 Метод измерений

Измерение массовой концентрации перхлората аммония (по перхлорат-иону) в моче производится потенциометрическим методом.

Метод анализа основан на измерении величины разности потенциалов перхлорат-иона (ClO_4^-) в моче, возникающей на границе мембранного электрода и контролируемого раствора в паре с электродом сравнения при помощи перхлорат-ионоселективного электрода, погруженного в анализируемую среду.

Специфичность метода определяется измерением электродного потенциала контрольных проб.

4.3 Требования к показателям точности измерений

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, представленных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости и неопределенности результатов измерений проб мочи

Диапазон измерений перхлората аммония, мкг/см^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %	Расширенная неопределенность, Up,%
18,0-120,0	10	14	13	30	
120,0-1200,0	7	10	8	21	

Значения показателя точности методики используют при:

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

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

5.1 Средства измерений

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (СИ), вспомогательные устройства, материалы и реактивы (таблицы 2, 3,4).

Таблица 2 – Средства измерений, рекомендуемые при использовании методики

Порядковый номер и наименование средства измерения	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают средства измерений	Метрологические, технические характеристики или ссылка на чертеж. Требования к качеству реактивов Наименование измеряемой физической величины

1. Универсальный иономер ЭВ-74	ГОСТ 22261-94 [2]	милливольт, погрешность: ± 5
2. Электрод ионоселективный «ЭКОМ –ClO_4»	ТУ 4215-002-41541647-2006 [3]	милливольт, погрешность: ± 6
3. Весы электронные SCOUT-2020, фирма «OHAUS», США	ГОСТ 24104-2001[4], ГОСТ 53228-2008	грамм, погрешность: 0,01
4. Весы аналитические CAS CAUW 220D	ГОСТ 24104-2001[4], ГОСТ 53228-2008	миллиграмм, погрешность: 0,75
5. Пипетки мерные, 4-2-1 4-2-2 6-2-10	ГОСТ 29227-91	$см^3$, погрешность: ± 0,01 ± 0,02 ± 0,05
6. Колбы мерные, 2-50-2 2-100-2	ГОСТ 1770-74	$см^3$, погрешность: ± 0,12 ± 0,2
7. Цилиндры мерные, 1-10 1-50 1-100	ГОСТ 1770-74	$см^3$, погрешность: ±0,2 ±0,5 ±0,5
8. Аммоний хлорнокислый (перхлорат), плотность при 20°С - 1,95 г/$см^3$, массовая доля основного вещества - 99,98 %	ТУ 6-09-3876-75 [5]	погрешность 0,02%

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Вспомогательные устройства и материалы, рекомендуемые при использовании методики, приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Вспомогательные устройства и материалы, рекомендуемые при использовании методики

Наименование вспомогательных устройств, материалов и реактивов	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Электрод сравнения, хлорсеребряный ЭВЛ-1М3	ТУ 25.05.2181-77 [6]
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [7]
Мешалка лабораторная магнитная ПЭ 6100	
Стаканы химические вместимостью, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336-82
Штатив универсальный ШУ-98	
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72
Бумага масштабно-координатная полулогарифмическая марки ПЛН, арт. 0715 Бумага масштабно-координатная (обычная)	ГОСТ 334-73
Бумага фильтровальная	

5.3 Реактивы

Реактивы, рекомендуемые при использовании методики, приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Реактивы, рекомендуемые при использовании методики

Наименование, материалов и реактивов	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают материалы и реактивы
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Аммоний хлористый, х.ч.	ГОСТ 3773-72
Калий хлористый, х.ч.	ГОСТ 4234-77

Примечание: Допускается применение иных средств измерения, вспомогательного оборудования и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной методики измерений. Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений концентраций перхлората аммония соблюдают следующие требования:

К работе допускаются лица, сдавшие экзамен по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004.

Работы по подготовке и проведению измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории – ГОСТ 12.0.003, с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007 и при эксплуатации электрооборудования – ГОСТ 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывобезопасности , установленные ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Все работы с перхлоратом аммония проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции в спецодежде: халат, защитные очки, резиновые перчатки, респиратор модели ШБ-1 «Лепесток».

В комнате в период работы не должно быть источника открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находиться средства тушения пожара: песок, асбестовое одеяло, совок, углекислотный огнетушитель. Поблизости должны быть противогаз и средства дегазации.

При работе и хранении запрещается размещать емкости с продуктом рядом с легкоокисляющимися веществами, концентрированными кислотами и органическими соединениями.

Хранить перхлорат аммония разрешается в полиэтиленовой или стеклянной таре с хорошо закрытой пробкой, вдали от огня, избегая трения, ударов.

На рабочем месте продукт хранится в вытяжном шкафу в опечатанном ящике, сейфе. Норма хранения на рабочем месте не более 1 г.

После окончания работ необходимо провести дегазацию рабочего места, посуды, средств защиты с помощью большого количества воды.

Водные растворы перхлората аммония хранятся в скляпках с пришлифованной пробкой в холодильнике. Отработанные растворы сливают в специальную ёмкость, разбавляют содержимое до величины гигиенического норматива (ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования») – 5 мг/дм^3 и сливают в канализацию.

В случае просыпания продукта необходимо надеть респиратор «Лепесток», собрать его в металлическую ёмкость, загрязненную поверхность тщательно промыть водой, смывные воды также собрать в ёмкость. Разбавить содержимое до величины гигиенического норматива и слить в канализацию.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта-химика со средним специальным образованием, ознакомленные с действующими правилами и техникой безопасности работы с перхлоратом аммония.

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, °С	+10 +35
Атмосферное давление, мм рт. ст.	630 - 800
Относительная влажность воздуха, %	35 - 85
Напряжение в сети, В	220±10

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы:

9.1 Подготовка иономера к работе

Подготовка иономера к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.2 Подготовка ионоселективного электрода и электрода сравнения к работе

Подготовка ионоселективного электрода «ЭКОМ-ClO_4» к работе осуществляется в соответствии с паспортом. Электрод выдерживают при комнатной температуре в растворе перхлората аммония (или перхлората натрия) с концентрацией 0,1 мг/см^3 в течение 24 часов. Внутреннюю полость электрода сравнения заполняют 2,5 см^3 насыщенного раствора хлористого калия. Подключают измерительный электрод и электрод сравнения к иономеру в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Приготовление раствора хлористого аммония с концентрацией 0,1 моль/дм^3

Для этого навеску хлористого аммония в количестве 535,0 мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 25-30 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доливают до метки дистиллированной водой. Срок хранения один год (при хранении в холодильнике в склянке с притертой пробкой).

9.3.2 Приготовление насыщенного раствора хлористого калия

35,0±0,1 г хлористого калия растворяют при нагревании до 80-90°С в 100 см^3 дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют, охлаждают и хранят с выпавшими кристаллами хлористого калия. Срок хранения 6 месяцев.

Используется для заполнения и хранения вспомогательного хлорсеребряного электрода.

9.3.3 Приготовление аттестованных растворов перхлората аммония (по перхлорат-иону) для построения градуировочного графика

Для построения градуировочного графика полготавливают растворы: основной аттестованный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/см^3, аттестованный раствор с массовой концентрацией 1,0 мкг/см^3 (см. таблицу 5).

9.3.3.1 Приготовление основного аттестованного раствора с массовой концентрацией перхлорат-иона 10,0 мг/см^3

На аналитических весах взвешивают 1181,0 мг перхлората аммония, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 40-50см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и вновь тщательно перемешивают.

Аттестованное значение массовой концентрации перхлорат-ионов рассчитывают по формуле:

$$a_0 = \frac{\mu \cdot m}{100\% \cdot V \cdot 1,181}, мг/см^3,$$

где:

μ -массовая доля основного вещества (перхлората аммония) в продукте, %; μ=99,98%;

m – масса навески перхлората аммония, взятой для приготовления основного раствора, мг; m=1181 мг;

V- объем приготовленного основного раствора, см ^{3}; V=100 см^3.

1,181 – коэффициент пересчета концентрации перхлората аммония на перхлорат-ион.

Аттестованное значение массовой концентрации перхлорат-иона в основном растворе составляет 10,0 мг/см^3.

Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой в прохладном месте (холодильник) не более шести месяцев.

9.3.3.2 Приготовление аттестованного раствора с массовой концентрацией перхлорат-иона 1,0 мг/см^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 основного раствора и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой в прохладном месте (холодильник) не более трех месяцев.

9.3.3.3 Приготовление раствора перхлората аммония с массовой концентрацией перхлорат-иона 0,1 мг/см^3

Пипеткой отбирают 1 см^3 основного аттестованного раствора перхлората аммония с массовой концентрацией 10,0 мг/см^3 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой в прохладном месте (холодильник) в течение трех месяцев. Используется для хранения ионоселективного электрода.

Примечание: Формулы расчета аттестованных значений растворов и их характеристики погрешности, проводимые по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [8], приведены в Приложении.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Для анализа отбирают не менее 5 см^3 мочи из расчета на одно определение. Пробы хранятся в холодильнике в склянке с притертой пробкой до трех суток.

При отборе проб составляют сопроводительный документ, где указывают цель анализа, место и дату отбора пробы, должность и фамилию отобравшего пробу.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Одновременно анализируются не менее двух параллельных проб. При выполнении измерений проводят следующие работы:

11.1 Подготовка проб для анализа и проведение измерений

Отобранную пробу мочи в количестве 5 см^3 помещают в химический стакан емкостью 50 см^3. Отмывают электроды (ионоселективный и вспомогательный) несколько раз дистиллированной водой до потенциала воды, равного 460-470 mV (при измерении потенциала на ЭВ-74), используя при этом магнитную мешалку. Снимают с электродов оставшиеся капли

воды легким прикосновением фильтровальной бумаги и опускают их в стакан с пробой. Через 1 минуту записывают показания милливольтметра.

После окончания измерений электроды, ионоселективный и сравнения, отмывают несколько раз дистиллированной водой до потенциала воды (460-470 mV), промокают фильтровальной бумагой и помещают ионоселективный электрод для хранения при перерыве более двух часов в раствор с концентрацией перхлорат-ионов 0,1 мг/см^3, сравнения – в насыщенный раствор хлористого калия. При перерыве в работе более двух недель ионоселективный электрод хранят в сухом виде, закрыв мембрану защитным колпачком.

11.2 Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость величины электродных потенциалов от массовой концентрации перхлорат-иона (ClO_4^-) в пробе, устанавливают по восьми градуировочным растворам (см. таблицу 5).

Для построения градуировочного графика используют контрольную мочу. Градуировочные растворы обрабатывают аналогично пробам.

Аттестованные растворы перхлорат-иона и контрольную мочу вносят в ряд стаканов вместимостью 50 см^3 в количествах, указанных в таблице 5 и 0.5 см^3 хлористого аммония с концентрацией 0,1 моль/дм^3, тщательно перемешивают. Опускают в стакан предварительно отмытые до потенциала воды (как описано в п. 11.1) электроды. Через одну минуту записывают показания милливольтметра. Измерение начинают с контрольной пробы (5 см^3 контрольной мочи), а затем переходят к замерам каждого последующего раствора, промывая электроды один раз дистиллированной водой и подсушивая фильтровальной бумагой.

После окончания измерений электроды отмывают и хранят, как описано в п.11.1.

Необходимо провести не менее 10 измерений каждой из 8-ми концентраций перхлорат-иона в течение нескольких дней, готовя при этом новые рабочие аттестованные смеси.

При получении результатов измерений в виде lg C, градуировочный график строят по среднеарифметическим результатам на обычной масштабно-координатной бумаге. При этом на оси ординат откладывают значение логарифма концентрации перхлората-иона в мкг/см^3, а по оси абсцисс – значения электродных потенциалов градуировочных растворов в mV.

При построении графика зависимости величины равновесного электродного потенциала от концентрации перхлорат-иона на полулогарифмической масштабно-координатной бумаге откладывают по оси абсцисс значения потенциала в mV, а по оси ординат – концентрацию перхлорат-иона в мкг/см^3.

При замене реактивов и средств измерения градуировочный график строят заново.

Таблица 5 - Алгоритм приготовления градуировочных растворов перхлората аммония (по перхлорат-иону) для построения градуировочного графика

Состав градуировочного раствора	Номер градуировочного раствора							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Аттестованные смеси перхлорат-иона с концентрацией: 1 мг/ $см^3$, $см^3$ 10 мг/ $см^3$, $см^3$	0 -	0,08 -	0,1 -	0,25 -	0,5 -	0,1	0,25	0,5
Моча, $см^3$	5	4,92	4,9	4,75	4,5	4,9	4,75	4,5
Раствор хлористого аммония с концентрацией 0,1 моль/$дм^3$, $см^3$	по 0,5 $см^3$							
Масса перхлорат-иона, мкг в пробе	0	80	100	250	500	1000	2500	5000
Массовая концентрация перхлорат-иона, мкг/$см^3$	0	16	20	50	100	200	500	1000

11.3 Контроль стабильности градуировочных графиков

Контроль стабильности градуировочных графиков необходимо проводить перед выполнением анализов каждой партии проб, поступивших на анализ.

Для этого берут не менее трех градуировочных растворов перхлората аммония (по перхлорат-иону), охватывающих диапазон измерений и анализируют, как описано выше в п. 11.2.

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

$$X - C \le \Delta_{гр}, \qquad (1)$$

где:

X - результат измерения содержания перхлорат-иона в градуировочном растворе, мкг;

C - аттестованное значение содержания перхлорат-иона в градуировочном растворе, мкг;

$\Delta_{гр}$ - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мкг.

Значения $\Delta_{гр}$ устанавливают при построении градуировочных графиков. При этом для каждого градуировочного раствора по соответствующим формулам рассчитывают:

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации перхлората аммония:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \qquad (2)$$

где:

n - число измерений;

X_i -результат измерения содержания перхлорат-иона в i-ой пробе градуировочного раствора, мкг.

- среднее квадратическое отклонение результата измерения массовой концентрации перхлорат-иона в градуировочном растворе:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X_i})^2}{n-1}} \quad (3)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta\overline{X_i} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \quad (4)$$

где:

t - коэффициент нормированных отклонений, определяемый по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

$\delta_{гр}$ - точность (относительная погрешность) результата измерений

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta\overline{X_i}}{\overline{X_i}} \cdot 100\%; \quad \Delta_{гр} = 0{,}01\delta_{гр} C \quad (5)$$

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию перхлорат-иона (ClO_4^-) в каждой параллельной пробе C_1 и C_2 в мкг/см^3 находят по градуировочному графику и пересчитывают на перхлорат аммония (X_1 и X_2) по формуле:

$$X_{1,2} = C_{1,2} \cdot K \cdot 1{,}181, \quad \text{мкг/см}^3 \quad (6)$$

где:

C - массовая концентрация перхлорат-иона, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

K - коэффициент, учитывающий предварительное разбавление пробы, равное соотношению объема мерной колбы и пипетки.

Если разбавление не применялось, K=1

За результат анализа ($\overline{X}$) принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений X_1 и X_2 [$\overline{X} = (X_1 + X_2)/2$], расхождение между которыми не превышает предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 6.

При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить ещё два результата параллельных определений. При повторном превышении предела повторяемости необходимо выяснить причины получения неприемлемых результатов параллельных определений и устранить их.

Таблица 6 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при измерении проб при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений перхлората аммония, мкг/см^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
18 – 120	28
120-1200	19

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения массовой концентрации перхлората аммония в моче $\overline{X}$ в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде: $\overline{X} \pm \Delta$, P=0,95,

где $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}$ ($\overline{X}$ – массовая концентрация перхлората аммония в пробе).

Значения δ приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде $\overline{X} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где:

$\overline{X}$ – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm\Delta_л$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости руководителем организации (предприятия), подпись которого заверяется печатью.

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

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения пределов воспроизводимости приведены в таблице 7.

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

Таблица 7 - Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений перхлората аммония, мкг/см^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, %
18-120	39
120-1200	28

15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

15.1 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения 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).

15.2 Оперативный контроль процедуры измерений

Оперативный контроль процедуры измерений проводят на основе контроля внутрилабораторной прецизионности и погрешности.

15.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Контроль внутрилабораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массовой концентрации перхлората аммония в пробе, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности ($R_л$), выраженного в единицах измеряемых содержаний

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le 0{,}01 R_л \cdot \overline{\overline{X}}, \qquad (7)$$

где:

$\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ - результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности;

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности;

$R_л$ - значение предела внутрилабораторной прецизионности.

Значение $R_л$ может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики выполнения измерений в лаборатории.

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

15.4 Контроль погрешности с использованием образца для контроля

Если анализ рабочей пробы показал отсутствие перхлората аммония (на уровне предела обнаружения методики), то, в соответствии с п. 5 РМГ 76 [9], введение в рабочую пробу добавки C, соответствующей диапазону действия методики, позволяет рабочую пробу с введенной добавкой рассматривать в качестве образца для контроля с аттестованным значением C. Образец для контроля анализируют в точном соответствии с прописью методики, получают результат X и сравнивают его с аттестованным значением C. При этом результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = |X - C| \qquad (8)$$

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta, \qquad (9)$$

где:

Δ - характеристика погрешности результата анализа, соответствующая аттестованному значению добавки: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot C$

Значение δ приведено в таблице 1.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (10)$$

При невыполнении условия (10) эксперименты повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ ПЕРХЛОРАТА АММОНИЯ (ПО ПЕРХЛОРАТ-ИОНУ)

А1 Расчет метрологических характеристик основного раствора

А1.1 Расчет аттестованного значения

Приготовление основного раствора перхлорат-иона и формула расчета аттестованного значения массовой концентрации перхлорат-ионов в растворе описаны в п. 9.3.3.1.

А1.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения основного раствора производят по формуле:

$$\Delta_0 = a_0 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2}, \text{ мг/см}^3, \qquad (A1)$$

где:

a_0 - аттестованное значение массовой концентрации перхлорат-иона в основном растворе, мг/см^3; a_0=10,0 мг/см^3;

μ-массовая доля основного вещества (перхлората аммония) в продукте, %; μ=99,98%;

$\Delta\mu$ - характеристика погрешности установления массовой доли перхлората аммония в продукте, %, $[\Delta\mu = (100 - \mu)\%]$; $\Delta\mu$=0,02%;

m - масса навески перхлората аммония, взятой для приготовления основного раствора, мг; m=1181 мг;

Δm - характеристика погрешности взвешивания при установлении массы перхлорат-иона, мг; Δm=0,75 мг;

V_1 - объем приготовленного основного раствора, см^3; V_1=100 см^3;

ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; ΔV_1=0,2 см^3.

А2 Расчет метрологических характеристик раствора перхлората аммония с массовой концентрацией перхлорат-иона 1,0 мг/см^3

А2.1 Расчет аттестованного значения

Раствор перхлората аммония с массовой концентрацией перхлорат-иона 1 мг/см^3 готовят, как описано в п. 9.3.3.2.

Аттестованное значение массовой концентрации перхлорат-ионов в растворе рассчитывают по формуле:

$$a_1 = a_0 \frac{V_2}{V_1}, \text{ мг/см}^3, \qquad (A2)$$

где

V_1 – объем приготовленного аттестованного раствора перхлорат-иона с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3, см^3;

V_2 – объем основного раствора перхлорат-иона, взятого для приготовления аттестованного раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3, см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации перхлорат-иона в растворе перхлората аммония составляет 1,0 мг/см^3.

А2.2 Расчет характеристики погрешности

Расчет характеристики погрешности аттестованного значения массовой концентрации перхлорат-иона в растворе производят по формуле:

$$\Delta = a_1 \sqrt{(\frac{\Delta_0}{a_0})^2 + (\frac{\Delta V_1}{V_1})^2 + (\frac{\Delta V_2}{V_2})^2}, \text{ мг/см}^3, \qquad (A3)$$

где:

a_1 – аттестованное значение массовой концентрации перхлорат-ионов в растворе, мг/ см^3; a_1=1,0 мг/ см^3 (п. 9.3.3.2);

V_1 – объем основного раствора перхлорат-иона, отбираемый для приготовления аттестованного раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3, см^3; V_1=10 см^3;

ΔV_1 – характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допустимой погрешности объема пипетки), см^3; ΔV_1=0,05 см^3;

V_2 – объем приготовленного аттестованного раствора перхлорат-иона с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3, см^3; V_2=100 см^3;

ΔV_2 – характеристика погрешности установления объема V_2 (предел допустимой погрешности вместимости колбы), см^3; ΔV_2=0,2 см^3.

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник / под ред. В.В. Уйба, К.В. Котенко, В.С. Кушневой.- М., ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России, 2011.

[2] ГОСТ 22261-94 Универсальный иономер ЭВ-74.

[3] ТУ 4215-002-41541647-2006 Электроды ионоселективные типа ЭКОМ.

[4] ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.

[5] ТУ 6-09-3876-75 Аммоний хлорнокислый (перхлорат).

[6] ТУ 25.05.2181-77 Электроды вспомогательные лабораторные хлорсеребряные ЭВЛ-1М3 и ЭВЛ-М3.

[7] ТУ 9452-002-22213860-00 ДЭ 40 Дистиллятор (Аквадистиллятор).

[8] РМГ 60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.

[9] РМГ 76-2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0165/01.00258/2012

Методика измерений массовой концентрации перхлората аммония в моче
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
потенциометрическим методом,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в лабораториях научно-исследовательских
область использования
организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России,

разработанная ФГУ "ФМБЦ им. А.И.Бурназяна" ФМБА России (123182, Москва,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
ул. Живописная, 46)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
"Методика измерений массовой концентрации перхлората аммония в моче

потенциометрическим методом", год утверждения 2012, на 25 стр.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе С.В.Медведевских

Зав. лабораторией О.Б. Пономарева

Дата выдачи 17.07.2012

Рекомендуемый срок пересмотра методики измерений: 17.07.2017

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4,
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

ЕТРОН

**Приложение к свидетельству № 222.0165/01.00258 / 2012
об аттестации методики измерений массовой концентрации
перхлората аммония в моче потенциометрическим методом**

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R,%	Показатель правильности (граница относительной систематической погрешности методики при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности методики при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 18 до 120 вкл.	10	14	13	30
св. 120 до 1200 вкл.	7	10	8	21

2 Значения предела повторяемости, предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
от 18 до 120.0 вкл.	28	39
св. 120 до 1200 вкл.	19	28

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 контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

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

Вед. инженер ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог
(сертификат RUM 02.33.00219-2) Белобородова Г.И.

Дата выдачи: 17.07.2012

gost.e-ecolog.ru