ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков

августа 2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИД-ИОНОВ В СТОЧНЫХ, ПРИРОДНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ И ПОДЗЕМНЫХ ВОДАХ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:3.173-2000

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2005.01752



МОСКВА 2000г.
(издание 2017 г.)

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФГУ «ФЦАО»).

Протокол заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 15 августа 2005г.

Директор Г.М.Цветков

Методика аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). Свидетельство об аттестации **№ 15-05 от 01 марта 2005 года.**

Методика внесена в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Регистрационный код методики в реестре Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений **ФР.1.31.2005.01752.**

Актуализированное издание 2017г. с изменениями №1, взамен издания 2005г.

Учётный экземпляр №

Поставляется

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для измерения массовой концентрации фторид-ионов в промышленных и хозбытовых сточных водах до и после биологической очистки, а также в природных поверхностных и подземных водах потенциометрическим методом.

Диапазон измерений массовой концентрации фторид-ионов от 0,5 до 160 мг/дм^3.

Определению не мешает наличие в анализируемой пробе растворенных нефтепродуктов до 25 мг/дм^3; допустимо наличие загрязняющих (в т.ч. органических) веществ, соответствующих ХПК не более 1000 мг/дм^3. Методика неприменима для вод с видимой пленкой нефтепродуктов на поверхности.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в соответствии с методикой значение погрешности (и её составляющих) результатов анализа не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1- Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации фторид-ионов, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %, при P=0,95	Показатель повторяе-мости (относитель-ное среднеквадрати ческое отклонение повторяе-мости), σ_r, %	Показатель воспроизво-димости (относитель-ное среднеквадрати ческое отклонение воспроизво-димости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
От 0,5 до 1,0 включ.	24	7	12	20
От 1,0 до 160 включ.	11	4	5	11

3 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОМУ ОБОРУДОВАНИЮ, ПОСУДЕ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

3.1 Средства измерений

3.1.1 pH-метр/иономер универсальный любого типа с основной абсолютной погрешностью не более ± 0,05 ед. pX, по ГОСТ 27987-88.

3.1.2 Электрод ионоселективный (например, ЭЛИС-131F), диапазон измерений pF от 1,0 до 5,0 по ГОСТ 22261-94 и ТУ 4215-015-89650280-2009.

3.1.3 Электрод сравнения вспомогательный, (например, ЭСр-10101, ЭСр-10102) по ГОСТ 22261-94 и ТУ 4215-020-89650280-2009.

3.1.4 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

3.1.5 Колбы мерные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-200-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.6 Пипетки с одной отметкой 1-2-10, 1-2-20, 1-2-25 по ГОСТ 29169-91.

3.2 Вспомогательное оборудование и посуда

3.2.1 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром (например, типа ШСС или СНОЛ), позволяющий поддерживать температуру нагрева (105 ± 2) °С.

3.2.2 Печь муфельная лабораторная с терморегулятором (например, СНОЛ), позволяющая поддерживать температуру нагрева (600±10) °С.

3.2.3 Мешалка магнитная (например, ММ-5 по ТУ 25-11-834-73).

3.2.4 Электроплитка закрытого типа по *ГОСТ 14919-83.*

3.2.5 Стаканы полиэтиленовые или полипропиленовые вместимостью 50, 250 $см^3$ по ТУ 229-018-23050963-99.

3.2.6 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336-82.

3.2.7 Чашки фарфоровые 1, 2, 3 по ГОСТ 9147-80.

3.2.8 Емкости полиэтиленовые для хранения проб вместимостью не менее 200 $см^3$.

3.2.9 Часы или таймер.

3.2.10 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 012026-76.

3.2.11 Термометр жидкостной стеклянный лабораторный (например ТЛ – 4) по ГОСТ 28498-90.

3.3 Реактивы и материалы

3.3.1 Натрий хлористый, квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 4233-77.

3.3.2 Натрий фтористый, квалификации "х.ч.", "ч.д.а." по ГОСТ 4463-76.

3.3.3 Натрий уксуснокислый трехводный, квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 199-78.

3.3.4 Натрий лимоннокислый 5,5-водный, квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 22280-76.

3.3.5 Кислота уксусная (ледяная), квалификации "х.ч." по ГОСТ 61-75.

3.3.6 Калий хлористый, квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 4234-77.

3.3.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденного типа, вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов (в т.ч. импортных), метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на прямом определении фторид-ионов с использованием фторидных ионоселективных электродов. Действие электрода основано на свойстве мембраны трифторлантана создавать потенциал, зависящий от активности фторид-ионов в анализируемом растворе. Потенциал фторидного электрода измеряют по отношению к каломельному электроду сравнения.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении анализов соблюдают требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 При работе с электроустановками соблюдают правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности по инструкциям, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004-15.

5.5 Помещения лаборатории должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-08.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха	от 15 ^{0}C до 25 ^{0}C;
- атмосферное давление	от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха, не более	80 %;
- напряжение переменного тока, В	(220^{+22}_{-33});
- частота переменного тока, Гц	(50±1).

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка ионоселективного (фторидного) электрода

Ионоселективный электрод готовят к применению в соответствии с паспортом (инструкцией по применению).

8.2 Подготовка электрода сравнения (вспомогательного) ЭСр -10101

8.2.1 Проверяют уровень электролита в электроде. Электрод должен быть заполнен не менее чем на 2/3 раствором электролита. В случае необходимости

доливают или полностью заменяют электролит в электроде, электролитом с составом, указанном в паспорте на электрод.

Разборку, заполнение электролитом, и сборку электрода проводят в соответствии с паспортом на электрод.

Перед использованием снимают с электрода защитный колпачок и промывают нижнюю часть электрода дистиллированной водой.

8.2.2 Концентрацию электролита (KCl) в потенциалобразующем полуэлементе электрода (моль/дм^3) устанавливают по паспорту на электрод.

8.2.3. При необходимости доливки или замены готовят электролит с составом, соответствующим его внутреннему раствору. Электролит готовят, растворяя навеску хлорида калия в 500 см^3 дистиллированной воды в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 - Состав электролита

Концентрация KCl, моль/дм^3	Навеска KCl, г
4,2 (насыщ.)	160,000
3,5	130,453
3,0	111,825

Навеску KCl, соответствующую концентрации электролита, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают 300-400 см^3 дистиллированной воды. Нагревают раствор до температуры (60 ± 2) °С и перемешивают до полного растворения кристаллов KCl. Охлаждают раствор до температуры (20±2) °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

8.3 При использовании электродов сравнения других марок подготовку проводят в соответствии с паспортами (инструкциями по применению).

8.4 Проверка крутизны характеристики фторидного электрода

Для проверки крутизны характеристики фторидного электрода измеряют потенциал электрода в двух стандартных растворах фтористого натрия: с концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 (0,0001н) и 10^{-5} моль/дм^3 (0,00001н) при температуре (20 ± 2)°С.

Перед началом измерений электрод промывают дистиллированной водой и дважды анализируемым раствором. Особенно тщательно следует промывать электрод в тех случаях, когда он сначала используется для измерения фторидных ионов в растворах с высокой, а затем, с низкой концентрацией.

В промежутках между измерениями электрод хранят в растворе фтористого натрия с концентрацией, близкой к концентрации фторид-ионов в анализируемых растворах, если иное не предусмотрено в паспорте на электроды.

Крутизну характеристики электрода, S мВ/pF, рассчитывают по формуле

$$S = \frac{E_1 - E_2}{pF_1 - pF_2} \quad (1)$$

где E_1, E_2 – значения ЭДС для первого и второго растворов фтористого натрия, мВ;
pF_1, pF_2 – отрицательный десятичный логарифм молярной концентрации фторид-ионов в первом и втором растворах, в ед.pF.

Полученное значение S сравнивают с расчетным значением при данной температуре.

Расчетное значение крутизны фторидной характеристики электрода Sp, мВ/pF

$$Sp = 54{,}197 + 0{,}1984 \cdot t \quad (2)$$

где 54,197 – крутизна фторидной характеристики при 0°С, мВ/pF;
0,1984 – температурный коэффициент крутизны фторидной характеристики, мВ/pF· °С;
t – температура раствора, °С.

При 20°С определяемое значение S должно составлять (55,2-61,2) мВ/pF.

8.5 Приготовление буферного раствора (pH = 5,5±0,1)

Натрий хлористый прокаливают в фарфоровой чашке в муфельной печи при температуре (500 ± 5)°С в течение (30 – 40) мин. Навеску 58,45 г натрия хлористого (прокаленного), 0,357 г натрия лимоннокислого ($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5{,}5\ H_2O$) и 102,06 г натрия уксуснокислого ($NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$) количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, затем добавляют 14,4 см^3 ледяной уксусной кислоты. Раствор перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки. Значение pH = (5,5±0,1) проверяют потенциометрически.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой посуде – 1 месяц.

8.6 Подготовка иономера к работе

Подготовку иономера выполняют в соответствии с инструкцией по применению

8.7 Приготовление градуировочных растворов

8.7.1 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-1} моль/дм^3 (0,1н)

Фторид натрия предварительно высушивают до постоянной массы при температуре (105 ± 2)°С.

Навеску 4,1990 г фторида натрия (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака) количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой посуде – 1 месяц.

8.7.2 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-2} моль/дм^3 (0,01н)

Пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают 25 см^3 раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-1} моль/дм^3 (0,1н), вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой посуде – 1 месяц.

8.7.3 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-3} моль/дм^3 (0,001н)

Пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают 25 см^3 раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-2} моль/дм^3 (0,01н), вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленным.

8.7.4 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 (0,0001н)

Пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают 25 см^3 раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-3} моль/дм^3 (0,001н) в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленным.

8.7.5 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией $6 \cdot 10^{-5}$ моль/дм^3 (0,00006н)

Пипетками вместимостью 100 см^3 и 20 см^3 отбирают 120 см^3 раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 (0,0001н) в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленным.

8.7.6 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией $2 \cdot 10^{-5}$ моль/дм^3 (0,00002н)

Пипеткой вместимостью 20 см^3 отбирают 40 см^3 раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 (0,0001н) в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленным.

8.7.7 Приготовление раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-5} моль/дм^3 (0,00001н)

Пипеткой вместимостью 25 см^3 отбирают 25 см^3 раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 (0,0001н) в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленным.

8.8 Градуировка иономера

Измеряют потенциалы растворов от меньшей концентрации фторид-ионов к большей.

Для этого 20 $см^3$ раствора фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-5} моль/$дм^3$ (0,00001н) переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$ и вносят 20 $см^3$ буферного раствора. Стакан со смесью устанавливают на магнитную мешалку и, при перемешивании раствора, погружают в него отмытые дистиллированной водой электроды. Глубина погружения электродов и скорость перемешивания должны быть одинаковыми при всех измерениях. Температура растворов во время измерений не должна изменяться более чем на (±1)°С.

Показания прибора записывают после установления постоянного значения потенциала. Время установления постоянного значения потенциала в растворе фторида натрия с молярной концентрацией 10^{-5} моль/$дм^3$ (0,00001н) составляет 8 мин, при более высоких концентрациях – (1 – 3) мин. Для каждого раствора проводят по три измерения.

Значения молярной концентрации фторида натрия (моль/$дм^3$) в растворах и соответствующие значения pF приведены ниже:

Таблица 3 - Соответствие значений pF молярной концентрации фторида натрия

моль/$дм^3$	pF
10^{-5}	5,0
$2 \cdot 10^{-5}$	4,7
$6 \cdot 10^{-5}$	4,2
10^{-4}	4,0
10^{-3}	3,0
10^{-2}	2,0

По результатам измерений строят градуировочный график зависимости потенциала электрода (мВ) от значений pF. Для этого по оси абсцисс откладывают значение pF градуировочных растворов, а по оси ординат соответствующие им средние из трех измерений значения потенциалов (мВ).

Перед началом измерений проверяют градуировочную характеристику не менее чем по трем градуировочным растворам. При отклонении ЭДС электродной системы от градуировочных значений более чем на 5 мВ, необходимо переградуировать прибор и рассчитать крутизну характеристики электрода. Если крутизна не соответствует допустимому значению, электрод необходимо заменить.

9 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ Р 31861 - 2012 “Вода. Общие требования к отбору проб”.

Объем проб должен быть не менее 200 $см^3$.

Пробы не консервируют. При содержании взвешенных веществ менее 100 мг/$дм^3$ пробы не фильтруют.

Пробы хранят в полиэтиленовой посуде.

Срок хранения проб – не более 1 месяца.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Анализируемую пробу объемом 20 см^3 переносят в стакан вместимостью 50 см^3 и приливают 20 см^3 буферного раствора. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, перемешивают в течение (10 – 15) мин, после чего погружают в раствор электроды и по истечении 8 мин записывают показания прибора. Глубина погружения электродов и скорость перемешивания должны быть такими же, как при градуировке. Анализируют две параллельные пробы.

После измерения потенциала анализируемой пробы электроды отмывают дистиллированной водой до установления минимального значения потенциала в воде (не более 200 мВ). Отмывка электродов происходит в течение 3 мин при трехкратной замене воды.

Температура анализируемой воды не должна отличаться от температуры градуировочных растворов при выполнении градуировки более чем на (±1)°С.

По градуировочному графику находят содержание фторид-ионов в единицах pF, соответствующее измеренному значению ЭДС в пробе.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Массовую концентрацию фторид-ионов X, мг/дм^3, определяют через последовательность выражений

$$pF = -\lg [F^-]$$

$$X, \text{моль/дм}^3 = 10^{-pF}$$

$$X, \text{мг/дм}^3 = 10^{-pF} \cdot 18{,}998 \cdot 10^3 \qquad (3)$$

где 18,998 – атомная масса фтора.

11.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r \qquad (4)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации фторид-ионов, мг/дм^3;

r – значение предела повторяемости (таблица 1), %.

11.3 Если условие (4) не выполняется, получают еще два результата в соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |X_{max} - X_{min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95}(n) \qquad (5)$$

где X_{max}, X_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации фторид-ионов, мг/дм^3;

$CR_{0,95}(n)$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r$$

Для n=4

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r \qquad (6)$$

где σ_r - относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (таблица 1), %;

f(n) - коэффициент критического диапазона;

Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики.

11.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \text{ при P=0,95,}$$

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3.

$\pm\delta$ – границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

Если полученный результат измерений фторид-ионов ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись: «менее 0,5 мг/дм^3 (более 160 мг/дм^3)».

12 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий, при проведении процедур подтверждении компетентности аккредитованных лабораторий, при арбитражных измерениях).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение (резервные пробы).

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2 \cdot \left| X_{cp1} - X_{cp2} \right| \cdot 100}{(X_{cp1} + X_{cp2})} \le CD_{0,95} \qquad (7)$$

где $X_{ср1}, X_{ср2}$ - средние значения массовой концентрации фторид-ионов, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ - значение критической разности, рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} \qquad (8)$$

где R - предел воспроизводимости, %, $R = 2{,}77 \cdot \sigma_R$,
где σ_R – показатель воспроизводимости, % (таблица 1);

r - предел повторяемости, % (таблица 1);

n - количество параллельных определений.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и показателя правильности по 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

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

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

ВНИИМС

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail:gost.e-ecolog.ru Тел. (095) 437 9419
Факс: (095) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 15-05

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

Методика выполнения измерений массовой концентрации фторид-ионов в сточных, природных поверхностных и подземных водах потенциометрическим методом

Методика выполнения измерений массовой концентрации фторид-ионов в сточных, природных поверхностных и подземных водах потенциометрическим методом, разработанная НТФ "Хромос" и ОАО "Каустик", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–96 и ГОСТ Р ИСО 5725–2002 (Части 1-6).

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности и показателя правильности.

Дата выдачи *1 марта 2005 года*

Заместитель директора В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Диапазон измерений массовой концентрации фторид-ионов, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %, при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
От 0,5 до 1,0 вкл.	24	7	12	20
От 1,0 до 160 вкл.	11	4	5	11

Начальник сектора О. Л. Рутенберг

gost.e-ecolog.ru