ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А.Соловьянов
2 января 2000 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СЕРОУГЛЕРОДА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.162-2000

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2000 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Главный метролог
Госкомэкологии России К.П.Машкович

Начальник ГУАК Г.М.Цветков

Разработчик: Аналитический центр "Роса"
Адрес: 117297, г.Москва,
ул.Родниковая, д.7
Тел./факс: (095) 435 13 00

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает фотометрическую методику определения массовой концентрации сероуглерода в природных и сточных водах в диапазоне концентраций от 0,3 до 2 мг/дм^3. При анализе проб с концентрацией сероуглерода выше 2 мг/дм^3 необходимо соответствующее разбавление бензольного экстракта.

Блок схема анализа приведена в Приложении 1.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения сероуглерода основан на взаимодействии сероуглерода с диэтиламином и ацетатом меди с образованием диэтилдитиокарбамата меди после предварительной экстракции сероуглерода из пробы воды бензолом. Оптическую плотность окрашенного в желтокоричневый цвет раствора измеряют при длине волны 450 нм.

2. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Характеристики погрешности измерений концентраций сероуглерода

	Наименование метрологической характеристики		
Диапазон измеряемых значений, мг/дм^3	Характеристика погрешности, δ, % (P=0,95)	Характеристика случайной составляющей погрешности, $\sigma(\delta)$, % (P=0,95)	Характеристика систематической составляющей погрешности, δ_c, % (P=0,95)
От 0,3 до 2 вкл.	25	12	7

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений

– Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерение при длине волны 450 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

- Весы аналитические по ГОСТ 24104, класс точности 2.
- ГСО сероуглерода с относительной погрешностью аттестованного значения массовой концентрации не более 1%.
- Колбы мерные с притертыми пробками вместимостью 50; 100 $см^3$ и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.
- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227, класс точности 2.
- Пробирки стеклянные градуированные с притертыми пробками вместимостью 10 $см^3$ и 20 $см^3$ с ценой деления 0,2 $см^3$ по ГОСТ 1770.
- Термометр лабораторный ртутный Т-4 по ГОСТ 215, пределы измерения 0-100°С, цена деления 0,5°С.
- Плитка электрическая с закрытой спиралью любой марки, снабженная регулятором температур в диапазоне от 50 до 250°С.

3.2. Посуда лабораторная

- Воронки делительные вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 8613.
- Аппарат для перегонки бензола, состоящий из перегонной колбы вместимостью 0,2 $дм^3$, термометра, водяного холодильника Либиха длиной 30 см и приемной колбы вместимостью 0,2 $дм^3$. Все части перегонного аппарата должны иметь соединения со шлифами.

3.3. Реактивы и материалы

- Этанол (этиловый спирт) по ГОСТ 18300.
- Диэтиламин, ч. по ТУ 6-09-68.
- Меди ацетат, ч.д.а по ГОСТ 95852.
- Бензол, ч.д.а по ГОСТ 5955.
- Глицерин, ч. по ГОСТ 6259.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деионизированная (степень чистоты 2 по ИСО 3696).

Допускается использование других средств измерения, вспомогательного оборудования и лабораторной посуды метрологические и технические характеристики которых не хуже, чем у вышеуказанных.

Допускается использование реактивов более высокой квалификации или импортных аналогов.

4. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4.2. При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится 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 ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	(20±5)°С;
атмосферное давление	(84,0-106,0) кПа (630-800 мм рт.ст.);
относительная влажность воздуха	не более 80% при t = 25°С;
частота переменного тока	(50±1) Гц;
напряжение в электросети	(220±10) В.

7. ОТБОР ПРОБ

7.1. Отбор проб воды осуществляют в стеклянные флаконы в соответствии с требованиями ГОСТ 4979 и НВН 33-5.3.01. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,1 $дм^3$.

7.2. Срок хранения пробы при температуре 2-5°С не более 2 суток.

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

- место, время и дата отбора;
- определяемый показатель;
- шифр пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка аппаратуры

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

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление 1% -го спиртового раствора диэтиламина.

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют 1 см^3 диэтиламина в небольшом количестве этанола и доводят объем раствора до метки этанолом. Раствор устойчив в течение недели при температуре 2 – 5°С.

8.2.2 .Приготовление 0,05% спиртового раствора ацетата меди.

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют 50 мг ацетата меди в 1 см^3 дистиллированной воды при нагревании на электрической плитке (~40°С), доводят объем раствора до метки этанолом и хорошо перемешивают. Раствор устойчив при комнатной температуре в течение недели.

8.2.3. Бензол свежеперегнанный.

Перегонку бензола осуществляют в перегонном аппарате, используя для нагрева электрическую плитку. Собирают фракцию с температурой кипения 80,1°С.

8.3. Приготовление градуировочных растворов сероуглерода

В качестве основного градуировочного раствора сероуглерода с концентрацией 1 мг/см^3 используют ГСО.

Рабочий градуировочный раствор с концентрацией сероуглерода 0,01 мг/см^3 готовят путем разбавления ГСО в 100 раз этанолом в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Рабочий градуировочный раствор используют свежеприготовленным.

8.4. Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики, выражающей зависимость оптической плотности раствора от содержания сероуглерода, готовят шкалу градуировочных растворов. Для этого в пробирки вместимостью 10 см^3 наливают по 2 см^3 1% спиртового раствора диэтиламина, прибавляют 0 - 0,6 - 1,0 - 1,5 - 2,0 – 2,5 – 3,0 см^3 рабочего градуировочного раствора сероуглерода с концентрацией 0,01 мг/см^3 и соответственно 4,0 - 3,4 - 3,0 - 2,5 - 2,0 - 1,5 - 1,0 см^3 бензола. Содержание сероуглерода в приготовленных рас-

творах соответствует 0 - 0,006 - 0,010 – 0,015 - 0,020 – 0,025 – 0,03 мг. Затем в каждую из пробирок добавляют 2 $см^3$ 0,05% раствора ацетата меди и доводят объем растворов до 10 $см^3$ 1% раствором диэтиламина. Растворы тщательно перемешивают и фотометрируют при 450 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм по отношению к холостой пробе (4 $см^3$ перегнанного бензола с добавленными реактивами).

Строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность — содержание сероуглерода (мг).

Градуировочный график строят при смене партии любого из реактивов, а также после ремонта прибора, но не реже 1 раза в 3 месяца.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору ежедневно перед выполнением серии анализов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение концентрации градуировочного раствора не отличается от аттестованного значения более, чем на 10 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение для этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

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

8.5. Установление коэффициента экстракции

Серию растворов сероуглерода с концентрациями, соответствующими минимальному, среднему и максимальному значениям диапазона измерения готогят путем разбавления ГСО дистиллированной водой в мерных колбах вместимостью 1000 $см^3$.

Каждый из приготовленных растворов сероуглерода с аттестованным значением концентрации $С_{ат}$ анализируют в соответствии с разделом "Выполнение измерений" и определяют концентрацию сероуглерода в растворе $С_х$. Поправочный коэффициент (К) вычисляют как отношение $С_х$ к аттестованному значению концентрации $С_{ат}$.

Процедуру проводят для каждого из приготовленного раствора не менее 7-ми раз и рассчитывают К для каждого результата. Поправочный коэффициент $К_{ср}$ для всего диапазона измерений рассчитывают как среднее арифметическое значение полученных коэффициентов К. *Поправочный коэффициент обязательно устанавливают при внедрении методики и проверяют при смене оператора, осуществляющего пробоподготовку. Коэффициент экстракции должен быть не менее 0,55.*

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В делительную воронку помещают 100 $см^3$ исследуемой воды, проводят трехкратную экстракцию порциями свежеперегнанного бензола по 6 $см^3$. Бензольные экстракты объединяют и доводят объем экстракта бензолом до 20 $см^3$ в градуированной пробирке с притертой пробкой.

В градуированную пробирку с притертой пробкой вместимостью 10 $см^3$ наливают 2 $см^3$ 1% раствора диэтиламина, прибавляют 4 $см^3$ полученного бензольного экстракта, 2 $см^3$ 0,05% раствора ацетата меди и доводят объем раствора до 10 $см^3$ 1% раствором диэтиламина. Закрывают пробирку пробкой и тщательно перемешивают раствор. Оптическую плотность полученного раствора определяют при длине волны 450 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 20 мм по отношению к холостой пробе (4 $см^3$ чистого бензола с прибавлением реактивов).

10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Концентрацию сероуглерода (мг/$дм^3$) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \times V_1 \times 1000}{V \times V_2 \times K},$$

где X - содержание сероуглерода в пробе, мг/$дм^3$;
A - содержание сероуглерода, найденное по градуировочному графику, мг;
V - объем пробы, взятой для анализа, $см^3$;
V_1 - общий объем, полученного бензольного экстракта, $см^3$;
V_2 –объем, бензольного экстракта, взятого для анализа, $см^3$.
K – коэффициент экстракции.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, P = 0,95$$
$$\text{где } \Delta = 0,25 \times X,$$

δ- значения характеристики погрешности (см. табл. 1)

12. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ

12.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб. Объём отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объёму, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранную пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. выполняют анализы разные аналитики, используя при этом разные средства измерений, наборы мерной посуды и разные партии реактивов. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга более чем на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$|X_1 - X_2| \le D,$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы;

X_2 - результат анализа этой же пробы в других условиях;

D - допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы.

$D = 0{,}01 \times D_{отн} \times \bar{X}$, где

$\bar{X}$ - среднее арифметическое результатов анализа X_1 и X_2;

Значения $D_{отн}$ приведены в табл. 2

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.2. Оперативный контроль погрешности с использованием образцов для контроля

Образцами для проведения оперативного контроля погрешности являются растворы сероуглерода, приготовленные с использованием ГСО на реальной воде, не содержащей анализируемое вещество. Значения концентраций сероуглерода в контрольных образцах должны соответствовать диапазону измеряемых концентраций. Образцы для контроля анализируют в соответствии с методикой. Полученные результаты содержания массовой концентрации компонента в образце для контроля (X) не должны отличаться от аттестованного значения концентрации (C) в этом образце более, чем на величину норматива оперативного контроля К (при P=0.95), т.е. $|X - C| \le K$. Перевод значений К из относительных единиц (%) в абсолютные (мг/дм^3) осуществляют по формуле:

$$K = 0{,}01 \times K_{отн} \times X$$

Значения $K_{отн}$ приведены в таблице 2.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива К выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.3 Оперативный контроль погрешности методом добавок

Образцами для контроля являются реальные пробы воды. Объём отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объёму, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объём делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой и получают результат анализа исходной рабочей пробы X_1, а во вторую часть делают добавку сероуглерода (С) и анализируют в соответствии с методикой, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой X_2. Результаты анализа исходной рабочей пробы X_1 и рабочей пробы с добавкой X_2 получают по возможности в одинаковых условиях, т.е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одних и тех же реактивов и т.д.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$|X_2 - X_1 - C| \le K, \text{ где}$$

X_1 - результат анализа рабочей пробы;

X_2 - результат анализа рабочей пробы с добавкой анализируемого компонента;

С - величина добавки анализируемого компонента;

К - норматив оперативного контроля погрешности.

Значения К (при Р=0.90) рассчитывают по формуле:

$$K = 0{,}84 \times \sqrt{(\Delta_{X1})^2 + (\Delta_{X2})^2}$$

Где Δ_{X1} - характеристика погрешности измерения концентрации в рабочей пробе (мг/дм^3);

Δ_{X2} - характеристика погрешности измерения концентрации в рабочей пробе с добавкой (мг/дм^3).

Значение Δ_{X1} и Δ_{X2} в мг/дм^3 находят по формулам:

$$\Delta_{X1} = 0{,}25 \times X_1 ; \Delta_{X2} = 0{,}25 \times X_2, \text{ где}$$

X_1 и X_2 содержание элемента в исходной пробе и в пробе с добавкой соответственно;

δ - характеристика погрешности, % (см. табл. 1).

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива К выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

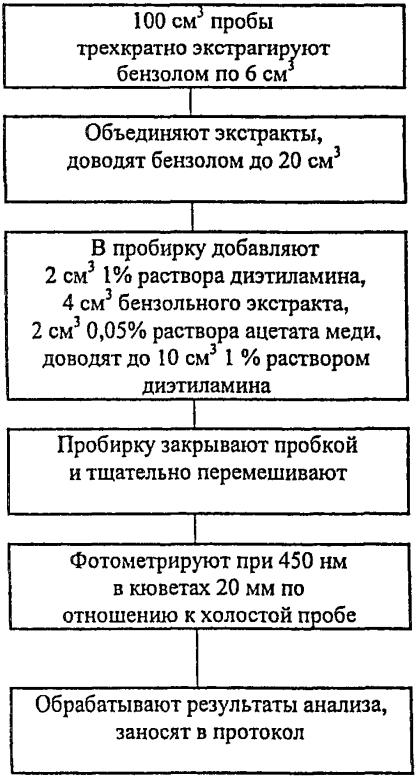
Таблица 2

Нормативы оперативного контроля

Диапазон определяемых содержаний, мг/л	Норматив оперативного контроля точности $К_{отн}$, %,(P=0,90)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости $D_{отн}$, %, m=2 (P=0,95)
От 0,3 до 2 вкл.	21	33

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

БЛОК-СХЕМА АНАЛИЗА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ КОНЦЕНТРАЦИИ СЕРОУГЛЕРОДА В ВОДЕ



ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

ПНД Ф 14.1:2.162-2000 «Методика выполнения измерений массовой концентраций сероуглерода в пробах природных и сточных вод фотометрическим методом.»

(Внесены согласно протокола № 36 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 04.11 03 г.)

Свидетельство № 224.01.03.159/2003

В **п. 2 "Характеристики погрешности измерений"** изменить содержание таблицы 1, используя следующие данные:

Таблица 1

Значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^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). $\pm\delta$, %
от 0,3 до 2 вкл.	9	12	7	25

2. Раздел 12 «**Контроль погрешности методики**» заменить на раздел **12. «Оценка приемлемости результатов измерений»:**

12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5 2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 2.

12.2 При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2

Таблица 2

Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,3 до 2 вкл.	25	33

3. Добавить раздел 13 **«Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории» :**

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

13.1. 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 погрешности и среднеквадратического отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности).

13.2. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля:

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_A = X - C,$$

где X–результат анализа;

С–аттестованное значение сероуглерода в образце для контроля.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля К по формуле:

$K = \Delta_л$,

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

Примечание: На первом этапе допускается считать $\Delta_л = 0.84\ \Delta$.

где Δ – показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_A| \le |K|,$$

процедуру анализа признают удовлетворительной Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют

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

13.3. Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории.

1926

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.31 / 2008

Методика выполнения измерений массовой концентрации сероуглерода в природных и сточных водах фотометрическим методом,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО "РОСА",

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией Г.И.Терентьев

Дата выдачи: 09.06.2008г.

Срок действия:

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

METRON

Приложение к свидетельству № 223.1.01.03.31 / 2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации сероуглерода в природных и сточных водах
фотометрическим методом

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

Диапазон измерений, мг/дм^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), $\pm\delta$, %
от 0.3 до 2 вкл.	9	12	7	25

2. Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной 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 0.3 до 2 вкл.	33

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

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

Старший научный сотрудник
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ» Кочергина О.В. Кочергина

*) Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

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

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4
Факс: (3432) 502-039
Телефон. (3432) 502-618
E-mail:uniim@uniim.ru

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

4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia
Fax: (3432) 502-039
Phone: (3432) 502-618
E-mail: uniim@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.159 / 2003
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации сероуглерода в пробах природных и сточных вод фотометрическим методом,*
разработанная *Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (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 обладает следующими основными метрологическими характеристиками:
1. Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

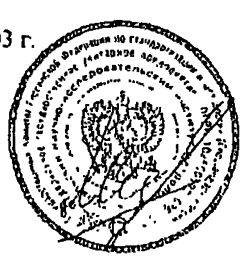
Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 0.3 до 2 вкл.	9	12	7	25

2. Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной 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 0.3 до 2 вкл.	33

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- 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).

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.
4. Дата выдачи свидетельства 27.06.2003 г.
Срок действия до 27 06 2008 г.



Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

Изменения и дополнения	
номер	дата утверждения
N 1	~~23.09.03~~
(протокол N 36)	04.11.03 г.

gost.e-ecolog.ru