МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»
_____ Г.М. Цветков
"26" _____ 2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЛЮМИНИЯ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ, ПИТЬЕВЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ НА АНАЛИЗАТОРЕ ЖИДКОСТИ «ФЛЮОРАТ-02»

ПНД Ф 14.1:2:4.181-02
(взамен 14.1:2:4.24-95)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2002 г.
Издание 2010 года

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» Министерства природных ресурсов России.

Зам. директора ФГУ «ЦЭКА» – главный метролог  К.И. Машкович

Разработчик:
ООО «Люмэкс-маркетинг»
Адрес: 192029 Санкт-Петербург, пр. Обуховской обороны, д.70, корп.2
Почтовый адрес: 190000 Санкт-Петербург, BOX 1234
Телефон (812) 718-53-90, 718-53-91, факс (812) 718-68-65
E-mail: gost.e-ecolog.ru
Веб-сайт: gost.e-ecolog.ru

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации алюминия в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02».

Диапазон измеряемых значений массовой концентрации алюминия составляет от 0,01 до 50,0 мг/дм^3.

Допустимо присутствие до 1 г/дм^3 аммония, щелочных, щелочноземельных элементов, до 100 мг/дм^3 фосфата, до 5 мг/дм^3 фторида, до 10 мг/дм^3 цинка, свинца, до 0,1 мг/дм^3 меди, до 0,5 мг/дм^3 хрома и до 2 мг/дм^3 железа. При большем содержании мешающих веществ необходимо использовать другую методику.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений, мг/дм^3	σ_r, %	σ_R, %	$\pm\delta$, %	$\pm\delta_{\bar{X}}$, %
От 0,01 до 0,05 вкл.	13	18	36	31
Свыше 0,05 до 0,2 вкл.	7	13	26	24
Свыше 0,2 до 50,0 вкл.	5	8	16	14

Примечание - σ_r - показатель повторяемости (относительное значение среднего квадратического отклонения повторяемости), σ_R - показатель воспроизводимости (относительное значение среднего квадратического отклонения воспроизводимости), $\pm\delta$ - показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95 и n = 1 результате параллельных определений), $\pm\delta_{\bar{X}}$ - показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95 и n =2 результатах параллельных определений)

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации алюминия применяют следующие средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства, материалы и растворы.

3.1 Средства измерений

Анализатор жидкости «Флюорат-02»	ТУ 4321-001-20506233-94 ТУ 4215-001- 45549798-2008
Весы лабораторные общего назначения специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг	ГОСТ Р 53228-2008
pH-метр лабораторный (основная погрешность измерений не более ± 0,05 единиц)	
Колбы мерные 2-100-2, 2-25-2, 2-1000-2, 2-200-2	ГОСТ 1770 – 74
Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10, 25 $см^3$	ГОСТ 29169-91
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227-91
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 1770-74

Государственный стандартный образец состава раствора ионов алюминия массовой концентрации 1 мг/см^3	ГСО 7269 - 96

Допускается использование средств измерений и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.2 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Кислота соляная, ос.ч.	ГОСТ 14261 - 77
Натрий уксуснокислый трехводный, ос.ч.	ТУ 6-09-1567-78
Уксусная кислота, х.ч.	ГОСТ 61-75
Люмогаллион, ч.д.а.	ТУ 6-09-3122-66
Аскорбиновая кислота	Р.73.941.09
Кислота азотная, ос.ч.	ГОСТ 11125-84
Пероксид водорода, х.ч.	ГОСТ 10929-76

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

Примечание - Запрещается использовать стабилизированный пероксид водорода.

3.3 Вспомогательные устройства и материалы

Бидистиллятор или аппарат для перегонки воды кварцевый или стеклянный или установка для получения деионизованной воды	ТУ 25.11-1592-81
Колбы плоскодонные вместимостью 100, 500 и 1000 см^3	ГОСТ 25336-82
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336-82
Стакан лабораторный термостойкий вместимостью 50, 100, 500 см^3	ГОСТ 25336-82

Электроплитка бытовая	ГОСТ 14919-83
Фильтры обеззоленные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678-86
или фильтры мембранные, размер пор 0,45 мкм	
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181-76

Подготовка химической посуды к анализу описана в Приложении А.

3.4 Приготовление растворов

3.4.1 Получение бидистиллированной воды

Бидистиллированную воду получают путем повторной дистилляции воды, соответствующей ГОСТ 6709 - 72, в бидистилляторе или лабораторной установке для перегонки воды, выполненной из кварца или стекла. Все растворы готовят только на бидистиллированной или деионизованной воде.

3.4.2 Раствор соляной кислоты, объемная доля 1%

В стакан из термостойкого стекла помещают 495 $см^3$ бидистиллированной или деионизованной воды и медленно, при помешивании добавляют 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Срок хранения не ограничен.

3.4.3 Раствор соляной кислоты, объемная доля 0,1%

В стакан из термостойкого стекла помещают 450 $см^3$ бидистиллированной или деионизованной воды и добавляют 50 $см^3$ раствора соляной кислоты по п.3.4.2. Срок хранения 1 месяц.

3.4.4 Раствор люмогаллиона, молярная концентрация 0,00025 моль/$дм^3$

Навеску 17,2 мг люмогаллиона помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, растворяют в небольшом объеме бидистиллированной или деионизованной воды и затем разбавляют этой водой до метки. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение двух месяцев.

Примечание - При использовании мерной колбы вместимостью 250 $см^3$ навеска люмогаллиона составляет 21,5 мг.

3.4.5 Раствор аскорбиновой кислоты, массовая концентрация 2 мг/см^3

200 мг аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см^3 бидистиллированной или деионизованной воды. Раствор готовят в день проведения анализа.

3.4.6 Ацетатный буферный раствор с pH 4,8-4,9

20 г уксуснокислого натрия трехводного растворяют в 100 - 150 см^3 бидистиллированной или деионизованной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 5,5 см^3 концентрированной уксусной кислоты, перемешивают и контролируют pH с использованием pH-метра. При необходимости увеличить значение pH добавляют уксуснокислый натрий, если pH необходимо понизить, то добавляют уксусную кислоту. После этого разбавляют до метки бидистиллированной или деионизованной водой. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена. Срок хранения - 3 месяца.

3.4.7 Раствор алюминия, массовая концентрация 100 мг/дм^3

Для приготовления указанного раствора отбирают 5 см^3 ГСО состава раствора ионов алюминия массовой концентрации 1 мг/см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора соляной кислоты по п.3.4.2, разбавляют до метки бидистиллированной или деионизованной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца.

3.4.8 Раствор алюминия, массовая концентрация 10 мг/дм^3

10 см^3 раствора, приготовленного по п.3.4.7, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты (п.3.4.2) и разбавляют до метки бидистиллированной или деионизованной водой. Срок хранения раствора - 3 недели.

3.4.9 Раствор алюминия, массовая концентрация 0,5 мг/дм^3

5 см^3 раствора алюминия по 3.4.8 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 1 см^3 раствора соляной кислоты по п.3.4.2 и разбавляют до метки бидистиллированной или деионизованной водой. Срок хранения раствора – 3 дня.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на взаимодействии ионов алюминия с люмогаллионом в среде ацетатного буфера (pH 4,8 - 4,9) с образованием флуоресцирующего комплекса в присутствии маскирующего агента - аскорбиновой кислоты с последующим измерением массовой концентрации алюминия на анализаторе жидкости «Флюорат-02».

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004-90.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и прошедшего процедуры контроля точности измерений с положительным результатом.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

- температура воздуха (20±5)°С;
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°С;
- напряжение в сети (220 ± 22) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор и консервирование пробы, а также приготовление растворов для градуировки анализатора и градуировка анализатора «Флюорат-02».

8.1 Отбор и консервирование проб

Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 51592-2000, требования к отбору проб питьевой воды по ГОСТ Р 51593-2000, отбор проб из источников водоснабжения - по ГОСТ 17.1.5.05-85, проб сточной воды – по ПНД Ф 12.15.1-08. Для хранения и транспортировки проб используют сосуды из полиэтилена или фторопласта.

Объем отбираемой пробы составляет 100 $см^3$.

При определении суммы растворенных и взвешенных форм алюминия нефильтрованную пробу консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты из расчёта 1 $см^3$ на 1 $дм^3$ пробы. Проверяют значение pH по универсальному индикатору и, если значение pH оказывается выше 2, то продолжают добавлять соляную кислоту до достижения значения pH ≤ 2. Пробу выдерживают 8 - 12 часов в закрытом сосуде и фильтруют через фильтр «синяя лента» или мембранные фильтры с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая первые 25 $см^3$ фильтрата.

При определении растворенных форм алюминия пробы фильтруют через фильтр «синяя лента» или мембранные фильтры с размером пор 0,45 мкм, отбрасывая первые 25 $см^3$ фильтрата. Фильтрат сразу же подкисляют концентрированной соляной кислотой из расчета 1 $см^3$ кислоты на 1 $дм^3$ воды и контролируют значение pH. Если значение pH пробы превышает 2 (контроль по универсальному индикатору), то продолжают добавлять соляную кислоту до достижения значения pH ≤ 2. Время хранения пробы до фильтрования не должно превышать 4 час.

Срок хранения законсервированной пробы 1 месяц.

Оба способа предварительной подготовки проб подходят для всех типов вод - питьевых, природных и сточных. При этом для питьевой воды централизованных систем водоснабжения и питье-

вой воды, расфасованной в емкости, допускается при первом способе пробоподготовки исключить 8-12-часовую выдержку подкисленной пробы перед фильтрованием, если для данного типа проб предварительно установлено, что выполняется условие:

$$| X_1 - X_2 | \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot \sqrt{\delta_{1,л}^2 + \delta_{2,л}^2} \qquad (1)$$

где X_1 - результат анализа пробы без выдержки, мг/дм^3;

X_2 - результат анализа пробы с выдержкой, мг/дм^3;

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значений X_1 и X_2, мг/дм^3;

$\delta_{1,л}$ и $\delta_{2,л}$ - показатель точности измерений, установленный в лаборатории[1], соответствующий значениям массовой концентрации алюминия X_1 и X_2 (табл.1), %.

Далее в тексте методики проба, прошедшая процедуры фильтрования и консервирования (в одной из указанных выше последовательностей), будет называться «подготовленная проба».

Алюминий, входящий в состав нерастворимых соединений, не разрушаемых соляной или азотной кислотой, данной методикой не определяется.

8.2 Приготовление растворов для градуировки анализатора

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 9 см^3 бидистиллированной воды и 1 см^3 раствора соляной кислоты объемной доли 0,1% по п.3.4.3 (раствор № 1). Во вторую мерную колбу вместимостью 25 см^3 вводят 10 см^3 раствора алюминия (п.3.4.9) массовой концентрации 0,5 мг/дм^3 (раствор № 2). Затем в обе колбы прибавляют по 2,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (п.3.4.5), по 5 см^3 раствора люмогаллиона (п.3.4.4) и 5 см^3 ацетатного буферного раствора (п.3.4.6). Содержимое колб разбавляют до метки бидистиллированной водой, перемешивают и выдерживают до начала измерений не менее 45 мин, защищая от прямых солнечных лучей.

8.3 Градуировка анализатора

При градуировке анализатора и всех измерениях в канале

[1] См. Примечание к разделу 13.

возбуждения используют светофильтр № 19, а в канале регистрации - светофильтр № 17.

Градуировку анализатора осуществляют путем измерения сигналов флуоресценции растворов, приготовленных по п.8.2. Градуировочные растворы и растворы для контроля построения градуировочной характеристики необходимо готовить одновременно.

Диапазон линейности градуировочной характеристики 0,01 – 1,0 мг/дм^3.

При использовании анализаторов жидкости модификаций «Флюорат-02-2М» и «Флюорат-02-3М» порядок проведения градуировки состоит в следующем.

Входят в меню «Градуировка», устанавливают значения параметров С0=0 и С1=0,500. Значение параметра «J0» устанавливают по раствору № 1, а «J1» - по раствору № 2. При этом значения параметров «С2» - «С6» и «J2» - «J6» должны быть равны нулю.

Контроль построения градуировочной характеристики проводится после завершения градуировки анализатора. Он состоит в проведении измерений массовой концентрации алюминия в одной или нескольких смесях (табл.2, смеси №№ 2-8) в режиме «Измерение» по градуировочной характеристике, заложенной в память анализатора. Если предполагается определение алюминия в диапазоне значений массовой концентраций от 0,5 до 1,0 мг/дм^3, то обязательно анализируют смесь № 2 по таблице 2.

Градуировочная характеристика признается приемлемой, если расхождение между заданным и измеренным значениями массовой концентрации алюминия в смесях не превышает 10 % в диапазоне 0,05 - 1,0 мг/дм^3 и 20% при меньших значениях массовой концентрации. При несоответствии полученных результатов указанным нормативам процесс градуировки необходимо повторить.

Таблица 2- Смеси для контроля построения и стабильности градуировочной характеристики анализатора

№ смеси	Компоненты	Объем, $см^3$	Массовая концентрация алюминия, $мг/дм^3$
1	Раствор алюминия (п.3.4.8)		10,0
2	Смесь № 1	10	
	Соляная кислота по п.3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	1,0
3	Смесь № 2	50	
	Соляная кислота по п. 3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	0,5
4	Смесь № 2	20	
	Соляная кислота по п. 3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	0,2
5	Смесь № 2	10	
	Соляная кислота по п. 3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	0,1
6	Смесь № 5	50	
	Соляная кислота по п. 3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	0,05
7	Смесь № 5	20	
	Соляная кислота по п. 3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	0,02
8	Смесь № 5	10	
	Соляная кислота по п. 3.4.2	1	
	Бидистиллированная вода	до 100	0,01

Примечания

1. При повторяющихся неудовлетворительных результатах проверки с использованием смеси № 2 и положительных результатах по другим смесям диапазон линейности градуировочной характеристики ограничивают значением массовой концентрации алюминия 0,5 мг/дм^3.

2. Порядок работы с использованием анализаторов модификаций «Флюорат-02-1(3)» приведен в Приложении Б.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Периодичность контроля стабильности градуировочной характеристики и детальное описание процедуры должны быть установлены в Руководстве по качеству лаборатории. Контроль стабильности обязательно проводится при смене партий реактивов, стандартных образцов, а также при смене условий проведения реакции (время выдержки, температура в помещении).

Образцами для контроля являются образцы, приготовленные по п.8.2 из смесей, приведенных в табл.2. Массовую концентрацию алюминия в приготовленном образце измеряют в режиме «Измерение» по градуировочной характеристике, заложенной в память анализатора. Число образцов и их концентрации выбираются исходя из ожидаемого содержания алюминия в пробах.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значениями массовой концентрации алюминия в образцах не превышает 10 % в диапазоне 0,05 - 1,0 мг/дм^3 и 20% при меньших значениях массовой концентрации. При несоответствии полученных результатов указанным нормативам контрольную процедуру необходимо повторить. При повторном превышении градуировку анализатора по п.8.3 проводят заново.

Примечание - Лаборатория вправе устанавливать собственные нормативы контроля, которые, однако, не должны превышать значений, приведенных выше.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Для получения результата измерения массовой концентрации алюминия анализируют две аликвоты подготовленной по п.8.1 пробы воды в условиях повторяемости (один оператор, один набор

мерной посуды, одна партия реактивов одного типа, одно средство измерений, короткий промежуток времени и т.п.). При проведении рутинного анализа допустимо анализировать одну аликвоту.

При выполнении измерений должны быть выполнены следующие работы: при необходимости разрушение органических веществ и перевод алюминия в реакционно-способную форму, приготовление рабочих растворов и измерение массовой концентрации алюминия.

Если проба по какой-то причине законсервирована азотной кислотой, перед анализом по п.9.1 ее следует выпарить досуха, осторожно, не допуская прокаливания (удалить азотную кислоту), и перевести в такой же объем раствора соляной кислоты объемной доли 0,1% по п.3.4.3.

Для выполнения измерений при ожидаемом значении массовой концентрации алюминия выше 1,0 мг/дм^3 подготовленную пробу разбавляют таким образом, чтобы массовая концентрация алюминия в разбавленной пробе составляла от 0,2 до 0,8 мг/дм^3. Коэффициент разбавления (Q_1) равен соотношению объемов разбавленной пробы и аликвоты исходной подготовленной пробы.

9.1 Анализ проб без разрушения органических веществ

Данная процедура применима при анализе большинства питьевых вод, в том числе питьевых вод, расфасованных в емкости, а также для некоторых типов природных вод.

В термостойкий стакан отбирают аликвоту 10 см^3 подготовленной по 8.1 пробы (по первому или второму способу). Кипятят в течение 15 мин. Одновременно готовят холостую пробу, для чего отбирают 10 см^3 раствора соляной кислоты по п.3.4.3 и также кипятят в течение 15 мин[1]. Требования к приемлемости значений холостой пробы приведены в п.9.2.

Полученные растворы охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерные колбы вместимостью 25 см^3,

[1] Раствор соляной кислоты должен быть приготовлен с использованием концентрированной соляной кислоты, используемой при обработке проб по п.8.1.

добавляют по 2,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (п.3.4.5), по 5 см^3 раствора люмогаллиона (п.3.4.4) и по 5 см^3 ацетатного буферного раствора (п.3.4.6), разбавляют до метки бидистиллированной водой.

Через 45 мин измеряют массовую концентрацию алюминия на анализаторе жидкости «Флюорат-02», делая для каждого раствора по два последовательных отсчета и вычисляя среднее арифметическое.

Если измеренное значение массовой концентрации алюминия в пробе превышает 1,0 мг/дм^3, то пробу необходимо разбавить раствором соляной кислоты по п.3.4.3 таким образом, чтобы значение массовой концентрации алюминия в разбавленной пробе составило от 0,2 до 0,8 мг/дм^3, и повторить определение. Коэффициент разбавления (Q_1) учитывают при обработке результатов измерений (п.10).

Примечание - Необходимо так отрегулировать нагревание, чтобы после кипячения пробы оставалось не менее 3 см^3 жидкости.

9.2 Анализ проб природных и сточных вод с разрушением органических веществ

В термостойкий стакан вместимостью 100 - 150 см^3 помещают 10 см^3 подготовленной по п.8.1 пробы, упаривают до небольшого объема (примерно 5 см^3), затем прибавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и 0,5 см^3 пероксида водорода. Раствор упаривают досуха, избегая прокаливания. Затем добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты по п.3.4.3, нагревают на плитке до растворения солей и кипятят 15 мин или пока не останется 2-3 см^3 раствора. Пробу охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Дальнейшую обработку проводят по п.9.1, начиная со стадии добавления раствора аскорбиновой кислоты.

Одновременно приготавливают холостую пробу (не менее двух параллельных), для чего в термостойкий стакан вносят те же объемы концентрированной азотной кислоты и пероксида водорода, которые были израсходованы на разрушение органических веществ

в пробе воды. Проводят все последующие операции, предусмотренные настоящим пунктом, начиная со стадии упаривания досуха.

Проверяют приемлемость полученных результатов измерений для двух параллельных холостой пробы ($C_{хол,1}$ и $C_{хол,2}$, мг/дм^3). Результаты признаются приемлемыми при выполнении одного из двух условий:

- оба значения не превышают 0,005 мг/дм^3;
- при более высоких значениях холостой пробы выполняются условия (2) и (3):

$$|C_{хол,1} - C_{хол,2}| \leq 0,25 \cdot C_{хол} \qquad (2)$$

где $C_{хол}$ - среднее арифметическое значений $C_{хол,1}$ и $C_{хол,2}$, мг/дм^3.

$$C_{изм} \geq 1,5 \cdot C_{хол}, \qquad (3)$$

где $C_{изм}$ - измеренное значение массовой концентрации алюминия в анализируемой пробе, мг/дм^3.

Если результаты параллельных измерений холостой пробы признаны приемлемыми, то в качестве результата измерения массовой концентрации алюминия в холостой пробе ($C_{хол}$) принимают среднее арифметическое полученных измерений. В противном случае подготовку холостой пробы проводят заново.

Если условие (3) не выполняется, необходимо найти и устранить источник загрязнения, например, ещё раз тщательно вымыть посуду, заменить азотную кислоту и (или) перекись водорода на более чистые, после чего повторить анализ проб, для которых условие приемлемости холостой пробы (3) не было выполнено.

Примечания

1. При большом содержании органических веществ обработку пробы азотной кислотой и пероксидом водорода повторяют при необходимости несколько раз.

2. При отсутствии нестабилизированного пероксида водорода рекомендуется проводить разрушение органических веществ без него.

3. Рекомендуется проведение минерализации с использованием СВЧ-минерализатора (Приложение В).

9.3 Анализ проб природных и сточных вод без разрушения органических веществ

Для проведения анализа отбирают в термостойкие стаканы аликвоту подготовленной по п.8.1 пробы объемом 10 см^3. Одновременно из оставшегося объема подготовленной пробы отбирают аликвоту 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и разбавляют до метки раствором соляной кислоты по п.3.4.3 (далее - «разбавленная проба»). Коэффициент разбавления пробы (Q_2) равен 10.

Отбирают аликвоту разбавленной пробы объемом 10 см^3 и проводят анализ подготовленной и разбавленной проб по п.9.1. По результатам измерений вычисляют массовую концентрацию алюминия в пробе, используя формулу (9) из п.10, т.е. учитывая разбавление пробы.

Сравнивают результаты анализа неразбавленной и разбавленной подготовленной пробы (соответственно X_1 и X_2, мг/дм^3). Если расхождение между ними удовлетворяет условию

$$| X_1 - X_2 | \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot K_1, \qquad (4)$$

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое X_1 и X_2, мг/дм^3;

K_1 - норматив контроля, равный 36 % в диапазоне 0,1 – 0,2 мг/дм^3 (включительно) и 25 % в диапазоне 0,2 – 1,0 мг/дм^3 (включительно),

то вычисляют окончательный результат анализа как среднее арифметическое значение X_1 и X_2.

Если условие (4) не выполняется, то готовят разбавленную пробу с добавкой раствора алюминия. Величину добавки выбирают таким образом, чтобы массовая концентрация алюминия в разбавленной пробе ($C_{изм}$, мг/дм^3) увеличилась приблизительно в 2 раза. Объем добавки рассчитывают по формуле:

$$V_{доб} = \frac{C_{доб} \cdot V_к}{C_{ст}} \qquad (5)$$

где $V_{доб}$ - объем добавки, см^3;

$C_{доб}$ - требуемое значение массовой концентрации добавки, мг/дм^3;

$C_{ст}$ - массовая концентрация раствора алюминия, используемого для добавки, мг/дм^3;

$V_к$ - объем мерной колбы, см^3.

Массовую концентрацию раствора алюминия, используемого для введения добавки, выбирают таким образом, чтобы объем $V_{доб}$ не превышал 5 % объема $V_к$. Рассчитанный по формуле объем раствора алюминия помещают в мерную колбу и доводят до метки разбавленной подготовленной пробой.

Отбирают аликвоту 10 см^3 разбавленной пробы с добавкой и анализируют ее по п.9.1, получая результат анализа пробы с добавкой $C_{п+д}$, и проверяют выполнения условия

$$| C_{п+д} - C_{изм} - C_{доб} | \leq K_o \qquad (6)$$

где K_o - норматив контроля, мг/дм^3.

Значение K_o вычисляют по формуле:

$$K_o = \sqrt{\Delta^2_{C_{изм}} + \Delta^2_{C_{п+д}}}, \qquad (7)$$

где $\Delta_{Cизм}$, $\Delta_{Cп+д}$ - показатель точности измерений (границы абсолютной погрешности измерений для доверительной вероятности P = 0,95) в разбавленной пробе и разбавленной пробе с добавкой алюминия соответственно, мг/дм^3:

$$\Delta_{C_{изм}} = 0{,}01 \cdot \delta_{C_{изм}} \cdot C_{изм}; \quad \Delta_{C_{п+д}} = 0{,}01 \cdot \delta_{C_{п+д}} \cdot C_{п+д}. \qquad (8)$$

где $\delta_{Cизм}$, $\delta_{Cп+д}$ - показатель точности измерений (границы относительной погрешности измерений для доверительной вероятности P = 0,95) в разбавленной пробе и разбавленной пробе с добавкой алюминия соответственно (табл.1), %

При положительных результатах контроля измеренное значение массовой концентрации алюминия в разбавленной пробе используют для расчета массовой концентрации алюминия в пробе по п.10.

При отрицательных результатах контроля методом добавок с пробой, разбавленной в 10 раз, а также в том случае, если измеренное значение массовой концентрации алюминия в разбавленной пробе оказывается меньше, чем 0,01 мг/дм^3, анализ пробы необходимо проводить с разрушением органических веществ, т.е. по п.9.2.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию алюминия в пробе (X, мг/дм^3) вычисляют по формуле:

$$X = (C_{изм} - C_{хол}) \cdot Q_1 \cdot Q_2 \qquad (9)$$

где $C_{изм}$ - измеренное значение массовой концентрации алюминия в пробе, мг/дм^3;

$C_{хол}$ - измеренное значение массовой концентрации алюминия в холостой пробе (п.9.1 или 9.2), мг/дм^3.

Q_1 - коэффициент разбавления пробы при содержании алюминия выше 1,0 мг/дм^3 , равный соотношению конечного объема пробы и аликвоты разбавляемой подготовленной пробы. Если пробу не разбавляют, то $Q_1 = 1$;

Q_2 - коэффициент разбавления пробы в соответствии с п.9.3 (равен 10). Если разбавление не применяли, то $Q_2 = 1$.

За результат измерения массовой концентрации алюминия в пробе принимают единичный результат или среднее арифметическое значение результатов $n = 2$ параллельных определений, для которых выполняется условие:

$$X_{max} - X_{min} \le 0{,}01 \cdot \bar{X} \cdot r, \qquad (10)$$

где X_{max} - больший результат параллельного определения, мг/дм^3;

X_{min} - меньший результат параллельного определения, мг/дм^3;

$\bar{X}$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений, мг/дм^3;

r - значение предела повторяемости (таблица 3), %.

При невыполнении условия (10) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 3 - Значения пределов повторяемости для доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
От 0,01 до 0,05 вкл.	36
Свыше 0,05 до 0,2 вкл.	20
Свыше 0,2 до 50,0 вкл.	14

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

1. $\overline{X} \pm \Delta_{\overline{X}}$, мг/дм^3, P = 0,95,

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/дм^3;

$\Delta_{\overline{X}}$ - значение показателя точности измерений (границы абсолютной погрешности при вероятности P = 0,95 для n = 2 параллельных определений), мг/дм^3:

$$\Delta_{\overline{X}} = \frac{\delta_{\overline{X}} \cdot \overline{X}}{100} \qquad (11)$$

Значение $\delta_{\overline{X}}$ приведено в таблице 1.

2. $X \pm \Delta$, мг/дм^3, P = 0,95,

где X - единичный результат измерений, мг/дм^3;

Δ - значение показателя точности измерений (границы абсолютной погрешности при вероятности P = 0,95 для n = 1), мг/дм^3:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}. \qquad (12)$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Допускается результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, мг/дм^3, P = 0,95

где X - результат измерений, полученный в точном соответствии с прописью методики [единичный результат или среднее (среднее арифметическое или медиана) результатов параллельных определений], мг/дм^3;

$\Delta_л$ - значение показателя точности измерений, установленное при реализации методики в лаборатории для единичного результата или среднего арифметического параллельных определений, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3.

Примечание - При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают число результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений, а также способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана).

12 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами единичных измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$| X_{1,лаб} - X_{2,лаб} | \le 0,01 \cdot X_{ср} \cdot R \qquad (13)$$

где $X_{1,лаб}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$X_{2,лаб}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$X_{ср}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3;

R - значение предела воспроизводимости (табл.4), %.

Если в каждой из двух лабораторий получено по два результата параллельных определений, то расхождение между средними арифметическими значениями, полученными в лабораториях, не должно превышать критической разности $CD_{0,95}$ (табл.4):

$$| \bar{X}_{1,лаб} - \bar{X}_{2,лаб} | \le 0,01 \cdot \bar{X}_{ср} \cdot CD_{0,95} \qquad (14)$$

где $\bar{X}_{1,лаб}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$\bar{X}_{2,лаб}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$\bar{X}_{ср}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3.

Таблица 4 - Значения пределов воспроизводимости и критической разности для доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами, полученными в разных лабораториях), R, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $CD_{0,95}$, %
От 0,01 до 0,05 вкл.	50	43
Свыше 0,05 до 0,2 вкл.	36	34
Свыше 0,2 до 50,0 вкл.	22	20

При выполнении условий (13) и (14) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- 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, внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

Оперативный контроль процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K_д$. Образцами для контроля являются рабочие пробы природных, сточных и питьевых вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Пробу делят на две части и в одну из них делают добавку алюминия.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X' - X - C_д |, \qquad (15)$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации алюминия в рабочей пробе, мг/дм^3;

X' - результат контрольного измерения массовой концентрации алюминия в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

$C_д$ - величина добавки алюминия, мг/дм^3.

Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от содержания алюминия в исходной пробе. Объем добавки не должен превышать 5 % объема пробы. Если содержание алюминия в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, то величина добавки должна в 2 – 3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

Величину добавки ($C_д$, мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$C_д = \frac{C_o \cdot V_o}{V}, \qquad (16)$$

где C_o - массовая концентрация алюминия в стандартном образце (аттестованной смеси), использованном для внесения добавки, мг/дм^3;

V_o - объем стандартного образца (аттестованной смеси), внесенного в качестве добавки, см^3;

V - объем пробы, см^3.

Норматив контроля $K_д$ рассчитывают по формуле

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{X,л})^2 + (\Delta_{X',л})^2} \qquad (17)$$

где $\Delta_{X,л}$ и $\Delta_{X',л}$ - показатели точности результатов измерений (границы абсолютной погрешности измерений для вероятности P = 0,95), установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию алюминия в рабочей пробе и в пробе с добавкой соответственно, мг/дм^3.

Если в лаборатории установлены границы относительной погрешности ($\delta_{л,X}$ и $\delta_{л,X'}$), то значения $\Delta_{л,X}$ и $\Delta_{л,X'}$ вычисляют по формулам:

$$\Delta_{X,л} = 0{,}01 \cdot \delta_{X,л} \cdot X ; \Delta_{X',л} = 0{,}01 \cdot \delta_{X',л} \cdot X' \qquad (18)$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K_д , \qquad (19)$$

Если неравенство (19) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Примечание - Допустимо показатели точности измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражений: $\delta_л = 0{,}84\ \delta$ или $\delta_л = 0{,}84\delta_{\overline{X}}$ (значения δ и $\delta_{\overline{X}}$ приведены таблице 1 в зависимости от числа параллельных определений) с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
ПОДГОТОВКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

При выполнении измерений массовой концентрации алюминия необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

А.1 Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту. КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ использовать для мытья соду, щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

А.2 Посуду предварительно отмывают водопроводной водой, затем в нее наливают приблизительно на 1/2 объема кислоту и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд. Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки. После промывания посуды водопроводной водой (не менее 5 раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной водой (2-3 раза).

А.3 Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в стаканчик и из него набирают в пипетку. ЗАПРЕЩАЕТСЯ погружать пипетку во весь объем раствора во избежание загрязнения.

А.4 Рекомендуется иметь отдельный набор посуды, который используется только для определения алюминия.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
ПОРЯДОК ГРАДУИРОВКИ И ИЗМЕРЕНИЯ ПРОБ НА АНАЛИЗАТОРАХ МОДИФИКАЦИЙ «ФЛЮОРАТ-02-1» И «ФЛЮОРАТ-02-3»

Готовят градуировочные растворы согласно п.8.2 методики.

Кювету с градуировочным раствором № 1 помещают в кюветное отделение и нажимают клавишу «Ф». Значение фонового сигнала, появляющееся на индикаторе анализатора, записывают в журнал.

Далее в память анализатора вводят значение «С» = 0,500 и помещают в кюветное отделение кювету с градуировочным раствором № 2, после чего, нажимают клавишу «Г». Значение градуировочного множителя, появляющееся на индикаторе анализатора, так же записывают в журнал.

После градуировки анализатора проводят контроль построения градуировочной характеристики согласно п.8.3 методики, помещая кювету с соответствующим образцом в кюветное отделение анализатора и нажимая клавишу «И». Измеренное значение высвечивается на табло.

При использовании анализаторов модификаций «Флюорат-02-1» и «Флюорат-02-3» контроль стабильности градуировочной характеристики не проводят, поскольку градуировка анализатора проводится заново после каждого включения анализатора в сеть.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)
РАЗРУШЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ПРОБАХ СТОЧНОЙ ВОДЫ МЕТОДОМ СВЧ-МИНЕРАЛИЗАЦИИ

Для определения алюминия отбирают 25 $см^3$ пробы сточной воды, помещают ее в контейнер для пробоподготовки и проводят разрушение органических веществ в соответствии с методическими указаниями, содержащимися в документах на СВЧ-минерализатор.

Оставшийся в контейнере азотнокислый раствор количественно переносят в термостойкий стакан вместимостью 50 $см^3$ и упаривают досуха (избегать прокаливания!). Сухой остаток обрабатывают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты по п.3.4.3, нагревают на плитке до растворения солей, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и разбавляют до метки тем же раствором соляной кислоты.

Для приготовления холостой пробы в термостойкий стакан вместимостью 50 $см^3$ вносят те объемы концентрированной азотной кислоты и пероксида водорода, которые были израсходованы на разрушение органических веществ в пробе сточной воды, упаривают досуха (избегать прокаливания!). Сухой остаток обрабатывают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты по п.3.4.3, нагревают на плитке до растворения солей, переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и разбавляют до метки тем же раствором соляной кислотой.

Для проведения анализа отбирают аликвоты минерализованной и холостой пробы объемом 10 $см^3$. Далее анализ проводят по п.9.1. Полученные значения используют для расчета массовой концентрации алюминия в пробе по п.10.

003222

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.10.04/2010

Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная ООО «ЛЮМЭКС-МАРКЕТИНГ»,

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

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

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: 26.01.2010

Срок действия: _____

МП

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

ЭТРОН

Приложение к свидетельству об аттестации № 223.1.01.10.04/2010 методики выполнения измерений массовой концентрации алюминия в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=1), σ_R, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=2), $\sigma_{R_{\bar{x}}}$, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=1), ± δ,%	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2), $\pm \delta_{\bar{X}}$,%
От 0,01 до 0,05 включ.	13	18	15,5	36	31
Св. 0,05 до 0,2 включ.	7	13	12	26	24
Св. 0,2 до 50 включ.	5	8	7	16	14

Примечания.
1 *n* - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений;
2 ± δ - показатель точности единичного результата измерений;
3 $\pm \delta_{\bar{X}}$ - показатель точности единичного результата измерений.

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критической разности при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 1$), R, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$, %
От 0,01 до 0,05 включ.	36	50	43
Св. 0,05 до 0,2 включ.	20	36	34
Св. 0,2 до 50 включ.	14	22	20

Примечание - n_1 - количество результатов параллельных определений, полученных в первой лаборатории; n_2 - количество результатов параллельных определений, полученных во второй лаборатории.

3 Контроль стабильности результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости и промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, организуют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

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

gost.e-ecolog.ru

* Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2