ЦЕНТР ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ ВОДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер
Центра исследования
и контроля воды
_____ Г.Ф. Глущенкова
"___" _____ 2001 г.

МЕТОДИКА

выполнения измерений массовой концентрации
аммонийного азота с реактивом Несслера
фотометрическим методом в сточных водах
ЦВ 2.04.49-97"А"
ФР.1.31.2000.00135

Санкт-Петербург
2001

gost.e-ecolog.ru

1 Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерения массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в сточных водах в диапазоне содержаний от 0,15 до 120 мг/дм^3 (от 0,2 до 150 мг/дм^3).

2 Характеристики погрешности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает с вероятностью P = 0,95 получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония), С, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), ± Δ, мг/дм^3
от 0,15 до 1,2 (от 0.2 до 1.5)	0,25 С
св. 1,2 до 60 (св. 1.5 до 80)	0,09 С+0,2
св. 60 до 120 (св. 80 до 150)	0,09 С

Примечание - Если определяемое содержание аммонийного азота выше установленного верхнего предела измерения, то допускается анализировать разбавленные пробы, проводя одновременно контроль точности результата измерения в соответствии с 12.2.

При внедрении методики в практику работы аналитической лаборатории необходимо провести проверку нормируемых характеристик погрешности МВИ на соответствие нормативам контроля по разделу 12 "Контроль качества результатов измерений".

3 Метод измерений

3.1 Метод измерения массовой концентрации ионов аммония и свободного аммиака заключается в образовании в щелочной среде с реактивом Несслера желтого соединения иодида меркураммония. При низких концентрациях аммиака это соединение находится в устойчивом коллоидном состоянии, пригодном для колориметрирования. При больших содержаниях аммиака выпадает бурый осадок - в этом случае определение необходимо проводить после разбавления пробы.

3.2 Определению мешают амины, хлорамины, альдегиды, спирты, фенолы, ацетон и другие органические соединения, реагирующие с реактивом Несслера. В их присутствии ионы аммония определяют после предварительной отгонки пробы.

Также определению мешают взвешенные вещества, мутность, компоненты, определяющие жесткость воды, железо, сульфиды и хлор.

Взвешенные вещества удаляют фильтрованием пробы.

Мешающее влияние жесткости воды устраняют добавлением 0,5 - 1,0 см^3 раствора трилона Б с массовой долей 50% или такого же количества раствора калия-натрия виннокислого (Сегнетовой соли) с массовой долей 50% на 50 см^3 пробы.

Мешающее влияние хлора устраняется добавлением раствора тиосульфата натрия с массовой концентрацией 3,5 г/ дм^3. Для удаления 0,5 мг хлора требуется 1 см^3 этого раствора.

Большое количество железа, сульфиды и муть удаляется добавлением раствора сульфата цинка. Для этого к 100 см^3 пробы добавляют 1 см^3 раствора сульфата цинка с массовой концентрацией 100 г/дм^3, смесь тщательно перемешивают, доводят pH до 10,5 добавлением раствора гидроксида натрия или калия с массовой долей 25%. После перемешивания и образования хлопьев осадок отфильтровывают через пористый фильтр (фильтр Шотта). Увеличение объема пробы необходимо учесть при расчете.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.1 Средства измерений

4.1.1 Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающие измерение оптической плотности в диапазоне длин волн от 425 нм до 440 нм, кюветы с толщиной оптического слоя 3 см.

4.1.2 Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-88.

4.1.3 pH-метр любой модели с пределом допускаемой погрешности до ± 0,05 ед.pH.

4.1.4 Колбы мерные вместимостью 1000, 500, 200, 100 и 50 см^3 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

4.1.5 Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 10, 25, 50 см^3 2 класса точности по ГОСТ 29227-91.

4.1.6 Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов аммония ГСО 7015-93 ÷ 7017-93.

4.1.7 Цилиндры мерные вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 1770-74.

4.2 Вспомогательные устройства

4.2.1 Колбы плоскодонные вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336-82.

4.2.2 Воронки стеклянные для фильтрования по ГОСТ 25336-82.

4.2.3 Сушильный шкаф электрический общелабораторного назначения ОСТ 16.0.801.397-87.

4.2.4 Установка для обыкновенной перегонки или перегонки с водяным паром.

4.2.5 Электроплитка.

4.2.6 Колонка с катионитом КУ-2 или СБС.

4.2.7 Фильтр пористый по ГОСТ 9775-79.

4.2.8 Бумага индикаторная универсальная ТУ 6-09-1181-89.

4.2.9 Фильтры обеззоленные ("белая" или "синяя" лента)ТУ 6-09-1678-86.

4.3 Реактивы и материалы.

4.3.1 Аммоний хлористый ГОСТ 3773-72 (используется в случае отсутствия ГСО).

4.3.2 Реактив Несслера ТУ 6-09-2089-77.

4.3.3 Калий фосфорнокислый однозамещенный ГОСТ 4198-75.

4.3.4 Калий фосфорнокислый двузамещенный ГОСТ 2493-75.

4.3.5 Натрия гидроксид ГОСТ 4328-77.

4.3.6 Калия гидроксид ТУ 6-09-50-2322-77.

4.3.7 Натрий серноватистокислый ГОСТ 27068-86.

4.3.8 Цинк сернокислый ГОСТ 4174-77.

4.3.9 Калий-натрий виннокислый 4-х водный ГОСТ 5845-79.

4.3.10 Трилон Б ГОСТ 10652-73.
4.3.11 Калий марганцевокислый ГОСТ 20490-75.
4.3.12 Натрий тетраборнокислый ГОСТ 4199-76.
4.3.13 Квасцы алюмокалиевые ГОСТ 4329-77.
4.3.14 Кислота борная ГОСТ 9656-75.
4.3.15 Кислота серная ГОСТ 4204-77.
4.3.16 Аммиак водный ГОСТ 3760-79.
Все используемые реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.
4.3.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

5 Требования безопасности

5.1 При определении аммонийного азота в сточных водах необходимо соблюдать правила техники безопасности выполнения работы в химической лаборатории, включая общие правила безопасности работы с кислотами и щелочами.

5.2 Химик-аналитик, выполняющий анализ, должен быть проинструктирован о мерах предосторожности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.0.004-90.

5.3 Правила электробезопасности при работе с электроустановками необходимо выполнять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019-79.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009-83.

6 Требования к квалификации оператора

Определение аммонийного азота в сточной воде может выполнять химик-аналитик, имеющий опыт работы в химической лаборатории не менее 2-х лет, освоивший данную методику выполнения измерения, и подтвердивший соответствие характеристик погрешности нормативам контроля точности по разделу 12.

7 Отбор проб

Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», или другой нормативной документации, утвержденной в установленном порядке.

Объем отбираемой пробы не менее 500 $см^3$.

Анализ проводят в день отбора пробы. Если определение в день отбора не проводилось, пробу консервируют добавлением 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты на 1 $дм^3$ пробы. Консервированная проба может храниться двое суток.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр подготавливают к работе как указано в паспорте на прибор.

8.2 Приготовление растворов.

8.2.1 Безаммиачная вода

Безаммиачную воду готовят одним из двух способов :

1) дважды перегнанную воду пропускают через колонку с катионитом КУ-2 или СБС;

2) вторично перегоняют дистиллированную воду, предварительно подкислив серной кислотой и добавив марганцевокислый калий до чёткой малиновой окраски.

Полученную воду проверяют на наличие ионов аммония реактивом Несслера по ГОСТ 6709-72 и используют для приготовления реактивов и разбавления проб.

8.2.2 Основной градуировочный раствор с массовой концентрацией ионов аммония 1 мг/см^3.

Основной раствор готовится из стандартного образца состава водных растворов ионов аммония согласно инструкции по применению ГСО. В случае отсутствия ГСО основной раствор готовится из хлористого аммония, подготовленного по ГОСТ 4212-76.

2,9650 г хлористого аммония растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в небольшом количестве безаммиачной воды, а затем доводят до метки безаммиачной водой. Раствор хранят в банке тёмного стекла в течение года.

8.2.3 Рабочий градуировочный раствор с массовой концентрацией ионов аммония 0,005 мг/см^3.

1 см^3 основного раствора доводят до метки безаммиачной водой в мерной колбе вместимостью 200 см^3. Применяется свежеприготовленным.

8.2.4 Боратный буферный раствор, pH = 9,5.

К 500 см^3 раствора тетраборнокислого натрия концентрации C ($Na_2B_4O_7$) = 0,025 моль/дм^3 приливают 88 см^3 раствора гидроксида натрия концентрации C (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 и разбавляют до 1 дм^3 безаммиачной водой.

8.2.5 Тетраборнокислый натрий, водный раствор концентрации C ($Na_2B_4O_7 \bullet 10\ H_2O$) = 0,025 моль/дм^3.

9,5 г 10-водного тетраборнокислого натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 безаммиачной водой.

8.2.6 Фосфатный буферный раствор, pH=7,4.

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 14,3 г безводного однозамещённого фосфорнокислого калия и 68,8 г безводного двузамещённого фосфорнокислого калия безаммиачной водой.

8.2.7 Цинк сернокислый, водный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

100 г сульфата цинка растворяют в безаммиачной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

8.2.8 Трилон Б, водный раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

10 г гидроокиси натрия растворяют в 60 см^3 безаммиачной воды. К полученному раствору добавляют 50 г трилона Б и доводят до 100 см^3.

8.2.9 Калий-натрий виннокислый, водный раствор, с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

Растворяют 50 г соли в безаммиачной воде, доводят объём той же водой до 100 см^3. Полученный раствор кипятят до исчезновения реакции на аммиак. Затем охлаждают и доводят до 100 см^3 безаммиачной водой.

8.2.10 Натрий серноватистокислый, водный раствор, с массовой концентрацией 3,5 г/дм^3.

3,5 г серноватистокислого натрия растворяют в безаммиачной воде и разбавляют такой же водой до 1 дм^3.

8.2.11 Борная кислота, водный раствор, с массовой концентрацией 40 г/дм^3.

Растворяют 40 г борной кислоты в безаммиачной воде и разбавляют такой же водой до 1 дм^3.

8.2.12 Серная кислота, водный раствор концентрации C (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 (1 н).

27,3 см^3 серной кислоты, пл.1,84 г/см^3 вносят небольшими порциями при перемешивании в 150-200 см^3 безаммиачной воды в мерную колбу вместимостью 1000 см^3.

8.2.13 Гидроксид натрия, раствор с массовой долей 40%.

40 г гидроксида натрия растворяют в 60 $см^3$ безаммиачной воды.

8.2.14 Гидроксид натрия, раствор с массовой долей 25%.

25 г гидроксида натрия растворяют в 75 $см^3$ безаммиачной воды.

8.2.15 Гидроксид натрия, водный раствор концентрации С (NaOH) = 1 $моль/дм^3$.

40 г гидроксида натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ в безаммиачной воде.

9 Построение градуировочного графика

В ряд мерных колб вместимостью 50 $см^3$ вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 $см^3$ рабочего градуировочного раствора ионов аммония, разбавляя примерно до половины колбы безаммиачной водой, прибавляют 0,5 $см^3$ раствора калия-натрия виннокислого или трилона Б, перемешивают, затем добавляют 1 $см^3$ реактива Несслера, доводят до метки безаммиачной водой и снова перемешивают. Получают растворы с концентрациями ионов аммония 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 $мг/дм^3$, соответственно. Одновременно готовится холостая проба: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, наполовину заполненную безаммиачной водой, вносят 0,5 $см^3$ раствора калия-натрия виннокислого или трилона Б, 1 $см^3$ реактива Несслера, доводят до метки безаммиачной водой, перемешивают. Через 10 минут измеряют оптическую плотность полученных растворов в кювете с толщиной оптического слоя 3 см при выбранной длине волны из диапазона от 425 нм до 440 нм на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре. В качестве раствора сравнения используется безаммиачная вода. Градуировочный график строят в координатах: оптическая плотность - массовая концентрация ионов аммония в фотометрируемой пробе.

10 Выполнение измерений

Определение азота аммонийного в сточных водах производится одним из двух способов:

10.1 Определение без отгонки (при отсутствии мешающих примесей).

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают такое количество фильтрованной сточной воды, чтобы в ней содержалось не более 0,06 мг ионов аммония, приливают 0,5 $см^3$ раствора калия-натрия виннокислого или трилона Б, перемешивают, затем добавляют 1 $см^3$ реактива Несслера, доводят до метки безаммиачной водой и перемешивают. Одновременно готовят холостую пробу и поступают как в п.9.

10.2 Определение с отгонкой (при наличии мешающих примесей).

Отгонку аммиака из воды, содержащей легко гидрализуемые органические соединения, проводят при pH=7,4, добавляя к пробе фосфатный буферный раствор. В присутствии цианатов и большинства азотсодержащих органических соединений следует использовать боратный буферный раствор pH=9,5. При необходимости анализа сточных вод предприятий, оборудующих в процессе производства фенолы (сбрасывающие фенол содержащие сточные воды), к пробе добавляют раствор гидроксида натрия с массовой долей 40% до pH = 9,5. Если присутствуют вещества, гидролизующиеся в щелочной среде, то отгонку надо провести дважды: сначала при pH=7,4, собирая отгон в разбавленный раствор серной кислоты, потом подщелочить этот отгон до сильнощелочной реакции и отогнать повторно, собирая отгон в раствор борной кислоты или безаммиачную воду.

Перегонку исследуемых проб проводят в комнате, воздух которой не содержит аммиака. Если проба содержит большое количество взвешенных веществ или нефтепродуктов, её предварительно фильтруют через фильтр "белая лента".

В колбу для отгона помещают 400 см^3 анализируемой пробы или отгона при pH=7,4 или меньший объём, доведенный до 400 см^3 безаммиачной водой. В зависимости от предполагаемых загрязнений затем приливают 25 см^3 буферного раствора pH=9,5 или 20 см^3 раствора гидроксида натрия с массовой долей 40%. В приемник наливают 50 см^3 раствора борной кислоты и устанавливают объем жидкости так, чтобы конец холодильника был погружен в неё, добавляя при необходимости безаммиачную воду. Отгоняют примерно 300 см^3 жидкости, отгон количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют водный раствор серной кислоты концентрации С (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3 до pH = 6 и разбавляют до метки безаммиачной водой.

Отбирают аликвоту анализируемой пробы и далее поступают как в 10.1.

11 Вычисление и оформление результатов измерений

11.1 Расчёт массовой концентрации аммонийного азота, выраженной в мг/дм^3, в исследуемой пробе воды проводят по формуле:

$$C = \frac{0,78K \cdot \Delta D \cdot 50 \cdot V_2}{V_1 \cdot V_3}$$

где: K - коэффициент градуировочного графика;
ΔD - оптическая плотность рабочей пробы за вычетом холостой пробы;
V_1 - объём сточной воды, взятой для отгона, см^3;
V_2 - объём дистиллята (отгона), см^3;
V_3 - часть объёма дистиллята (отгона), взятая для анализа, см^3;
0,78 - коэффициент пересчета из концентрации по ионам аммония в концентрацию по аммонийному азоту.

$$K = \frac{C_г}{D_{раб.} - D_{хол.}}$$

где: $C_г$ - массовая концентрация ионов аммония в i-той точке графика, мг/дм^3;
$D_{раб.}$ - оптическая плотность на графике для этой точки;
$D_{хол.}$ - оптическая плотность на графике для Сг=0 мг/дм^3.

11.2 Форма представления результатов измерений.

Результаты измерения массовой концентрации аммонийного азота в анализируемых пробах сточной воды в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$C \pm \Delta$, мг/дм^3 при P=0,95

12 Контроль точности измерений

12.1 Оперативный контроль воспроизводимости.

Образцами для контроля являются реальные пробы сточной воды.

Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики. Измерения проб проводят либо в разное время, с соблюдением сроков хранения проб воды, либо два аналитика. Два результата не должны отличаться друг от друга больше, чем на величину норматива оперативного контроля воспроизводимости. Значения норматива оперативного контроля воспроизводимости (D) приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота, (ионов аммония), С, мг/дм^3	Норматив оперативного контроля воспроизводимости D, мг/дм^3 P=0,95
от 0,15 до 1,2 (от 0.2 до 1.5)	D = 0,36 С
св. 1,2 до 60 (св.1.5 до 80)	D = 0,13С+0,28
св. 60 до 120 (св. 80 до 150)	D = 0,13 С

12.2 Оперативный контроль точности результатов измерений.

Оперативный контроль точности осуществляется методом добавок с использованием проб сточной воды. В качестве добавок используются растворы, приготовленные из ГСО состава водных растворов ионов аммония. Величина добавки рассчитывается таким образом, чтобы полученное после введения добавки значение массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в пробе (C) удовлетворяло условию :

$$Ск = (1,5 \div 3) \cdot Ср,$$

где $Ср$ - массовая концентрация аммонийного азота (ионов аммония) в пробе до введения добавки;

$Ск$ - полученное после введения добавки значение массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония), мг/дм^3.

Анализ пробы с добавкой производят в тех же условиях, что и исходной пробы.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|C_к - C_р - C_д| \le K,$$

где $C_д$ - действительное значение массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в добавке;

K - норматив оперативного контроля точности.

Значения норматива оперативного контроля точности рассчитываются по формуле:

$$K = 0{,}84 \cdot \sqrt{\Delta^2 + (\Delta_P)^2},$$

где Δ, Δ_P - значение характеристик погрешности, соответствующие массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в пробе с добавкой и пробе без добавки, приведенные в таблице 1.

При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют. В случае повторного превышения норматива K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и решают вопрос о целесообразности использования внедряемой методики.

Периодичность проведения оперативного контроля воспроизводимости и точности результатов измерений устанавливается индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с документами по внутрилабораторному контролю качества результатов анализа с учетом количества выполняемых измерений в контролируемый период.

УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер УП ЦИКВ
_____ Г.Ф.Глущенкова
_____ 2005 г.

ИЗМЕНЕНИЯ

к методике выполнения измерений массовой концентрации аммонийного азота с реактивом Несслера фотометрическим методом в сточных водах
ЦВ 2.04.49-97 «А»

В разделе **2** исключить последний абзац.

В пункт 11.1 добавить следующее:

При необходимости проверки приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости (например, по требованию заказчика или в случае анализа сложных проб) получают два результата измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в пробах сточных вод по разделу 10 в условиях повторяемости. Проверяют приемлемость результатов измерений c_1 и c_2, сравнивая расхождение между ними с пределом повторяемости r (см. таблицу 2). Если полученное значение расхождения не превышает предела повторяемости, то за результат измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в пробе сточной воды принимают среднее из двух полученных значений c_1 и c_2. В противном случае процедуру повторяют.

Пункт 12.1 изложить в следующей редакции:

12.1 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и контроля стабильности правильности рутинного анализа. Средство контроля готовят из ГСО состава водных растворов аммонийного азота (ионов аммония) и дистиллированной воды и анализируют согласно разделу 10. При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения стандартных отклонений промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота, (ионов аммония), мг/дм^3	Предел повторяемости r , мг/дм^3	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»), $\sigma_{I(T,O,E)}$, мг/дм^3
от 0,15 до 1,2 (от 0,2 до 1,5)	0,26C	0,13C
св. 1,2 до 60 (св. 1,5 до 80)	0,09C+0,2	0,05C + 0,1
св. 60 до 120 (св. 80 до 150)	0,09C	0,05C

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе повторяют градуировку прибора, проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Периодичность проведения контроля стабильности результатов измерений устанавливают индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с документами по внутрилабораторному контролю качества результатов анализа.

Первое предложение пункта 12.2 заменить на следующее:

При внедрении методики в практику работы лаборатории проводят контроль точности результатов измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония), используя метод добавок в пробы сточных вод, анализируемых в лаборатории.

Формулу Ск = (1,5 ÷ 3)Ср заменить на следующую Ск = (1,5 ÷ 2)Ср.

Последний абзац пункта 12.2 заменить следующим:

После внедрения МВИ в практику работы лаборатории при необходимости проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят межлабораторные сравнительные испытания с использованием данной методики для оценки стандартного отклонения воспроизводимости (см. приложение А). В случае невозможности организации межлабораторных сравнительных испытаний допускается, согласно МИ 2336-2002, оценить значение стандартного отклонения воспроизводимости, σ_R, по формуле: $\sigma_R = 1{,}2 \cdot \sigma_{I(T,O,E)}$. Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, пункт 5.3. Сопоставление альтернативных методов измерений проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, раздел 8.

Центр Исследования и Контроля Воды
аккредитован в Системе аккредитации аналитических лабораторий (центров)
Госстандарта России, № Госреестра РОСС RU.0001.510045

Метрологическая служба аккредитована на право аттестации методик выполнения измерений и проведения метрологической экспертизы документов, № Госреестра 01.00031-97

199034, Санкт-Петербург, Университетская наб., 7/9
Факс (812)274-6641

СВИДЕТЕЛЬСТВО

**о метрологической аттестации
методики выполнения измерений массовой концентрации
аммонийного азота с реактивом Несслера
фотометрическим методом в сточных водах**
ЦВ 2.04.49-97 "А"

Методика выполнения измерений массовой концентрации аммонийного азота с реактивом Несслера фотометрическим методом в сточных водах,

разработанная Центром исследования и контроля воды (Санкт-Петербург),

регламентированная в документе: "Методика выполнения измерений массовой концентрации аммонийного азота с реактивом Несслера фотометрическим методом в сточных водах" (ЦВ 2.04.49-97"А"),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментального исследования МВИ, проведенного в 1991 году в диапазоне измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) от 1,2 до 120 (от 1,5 до 150) мг/дм³ и по результатам внутрилабораторного контроля воспроизводимости и точности результатов измерений, выполненных по МВИ в 1997 году в диапазоне измерений массовой концентрации аммонийного азота (иоинов аммония) от 0,15 до 120 (от 0,2 до 150) мг/дм³.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония), С, мг/дм³	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью) ±Δ, мг/дм³
от 0,15 до 1,2 (от 0,2 до 1,5)	0,25С
св. 1,2 до 60 (св. 1,5 до 80)	0,09С+0,2
св. 60 до 120 (св. 80 до 150)	0,09С

Свидетельство выдано: "28" января 1998 г.

Директор Н.П. Ушаков

Главный метролог С.А.Виноградов

Приложение А

(информационное)

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний

Оценки стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости

В таблице А.1 представлены данные по результатам межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ), проведенных Органом по аккредитации ЦИКВ среди аккредитованных лабораторий и обработанных в соответствии с п. 7.4 ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002. Представленные данные не применимы для обобщений.

Таблица А.1

Наименование образца	Дата МСИ	p	n	y, мг/дм^3	s_r, мг/дм^3	s_r, %	s_R, мг/дм^3	s_R, %
Контрольный образец	22.12.2004	13	1	0,73	–	–	0,04	5,3
Контрольный образец	27.02.1996	12	2	2,5	0,08	3	0,10	4,0

p – количество лабораторий;
n – количество измерений, полученных в каждой лаборатории;
y – общее среднее значение массовой концентрации азота аммонийного в образце;
s_r – оценка стандартного отклонения повторяемости результатов измерений;
s_R – оценка стандартного отклонения воспроизводимости результатов измерений.

СОГЛАСОВАНО:

Заместитель директора С.А. Виноградов

Начальник ЛХМАВ Л.Ю. Лукьянчикова

Начальник ОМ Л.С. Котова

gost.e-ecolog.ru