ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»

С.А. Хяхалин

2011 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БОРА В ПИТЬЕВЫХ, ПОВЕРХНОСТНЫХ, ПОДЗЕМНЫХ ПРЕСНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С АПИ-РЕЗОРЦИНОМ

ПНД Ф 14.1:2:3:4.237-2007

(ФР 1.31.2007.03812)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2007 г.
(издание 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный эксперт ФБУ «ФЦАО», к.х.н. В.С. Талисманов

Разработчик:

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)
Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86
Телефон: (495) 943-29-44
Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации

1ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации бора в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах фотометрическим методом с АШ-резорцином.

Диапазон измерений от 0,04 до 6 мг/дм^3.

Оптимальное содержание бора в природных и сточных водах, позволяющее проводить определение без предварительного разбавления анализируемой пробы воды, составляет 0,04 –0,6 мг/дм^3.

Если массовая концентрация бора в анализируемой пробе превышает 0,6 мг/дм^3, то пробу необходимо разбавлять.

Основные компоненты, входящие в состав вод, практически не мешают определению бора в условиях проведения анализа при содержании в аликвотной части анализируемой пробы воды: натрий – до 200 мг; калий – до 65 мг; магний – до 20 мг; кальций – до 20 мг; хлорид-ион до 100 мг; фторид-ион – до 40 мг; сульфат-ион – до 200 мг; карбонат-ион – до 20 мг; гидрокарбонат-ион – до 10 мг; нитрит-ион – до 0,05 мг; нитрат-ион – до 1000 мг.

При содержании кальция и магния более 20 мг в аликвотной части анализируемой пробы воды, необходимо увеличить количество добавляемого в ходе анализа ЭДТА (Трилона Б) до 0,5 г.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений[1] – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Значения показателя точности измерений используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

– оценке качества проведения испытаний в лаборатории;

– оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

Таблица 1 – Диапазоны измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений,	Суммарная стандартная относительная неопределенность, *u*, %	Расширенная относительная неопределенность[2], *U* при коэффициенте хвата k = 2, %
От 0,04 до 0,1 вкл.	13	26
Св. 0,1 до 0,6 вкл.	10	20
Св. 0,6 до 6 вкл.	8,5	17

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы.

3.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ =530 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Весы лабораторные специального или высокого класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008.

Гири по ГОСТ 7328-2001.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500, 1000 см^3 по ГОСТ 1770-74.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227-91.

Пипетки с одной отметкой вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29169-91.

Цилиндры мерные вместимостью 10, 100, 500 см^3 по ГОСТ 1770-74.

ГСО с аттестованным содержанием бора 1 мг/см^3 и погрешностью аттестованного значения не более 1% при Р=0,95.

3.2 Вспомогательное оборудование

Колбы конические Кн-1-100 по ГОСТ 25336-82.

Стаканчики для взвешивания Н-1-50 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919-83.

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности Р = 0,95.

Примечания.

1 Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы и материалы

Соляная кислота по ГОСТ 3118-77.
Борная кислота по ГОСТ 9656-77.
Уксусная кислота по ГОСТ 61-75.
Натрий гидроокись по ГОСТ 4328-77.
Динатриевая соль этилендиамин-N, N, N′, N′ - тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б, комплексон III) по ГОСТ 10652-73.
АШ- резорцин по ТУ 6-09-07-1590-87.
п-Нитрофенол по ТУ 6-09-3973-75.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-95.
Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

Примечания.

1 Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Фотометрический метод определения массовой концентрации бора основан на образовании окрашенного в розовый цвет комплексного соединения борной кислоты с АШ-резорцином в уксуснокислой среде (pH=5,3-5,8). Соотношение бора и АШ-резорцина в комплексе 1:1. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм.

Реакция бора с АШ-резорцином протекает во времени, поэтому оптическую плотность растворов следует измерять на следующий день после их приготовления (через 17-20 час).

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

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

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

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

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

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой экстракционно-фотометрического анализа, изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5)°С;
- атмосферное давление (84,0-106,7) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- напряжение 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 проб, подготовка прибора к работе, приготовление вспомогательных растворов, установление и контроль стабильности градуировочной характеристики.

8.1 Отбор и хранение проб

8.1.1 Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51593-2000 «Вода питьевая. Отбор проб», ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод».

8.1.2 Посуду для отбора проб и проведения анализа промывают водопроводной водой, обрабатывают хромовой смесью, ополаскивают водопроводной водой и несколько раз дистиллированной водой.

8.1.3 Пробы воды отбирают в бутыли из стекла, не содержащего бор и предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

8.1.4 Пробы воды не консервируют и хранят не более 3-х суток.

8.1.5 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указываются:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;
место, время отбора;
номер пробы;
объем пробы;
должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8.2 Подготовка прибора

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

8.3 Приготовление растворов

8.3.1 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 2%

Навеску 2 г гидроксида натрия помещают в коническую колбу и растворяют в 98 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 3-х месяцев.

8.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты (1:19)

К 950 см^3 дистиллированной воды добавляют 50 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ=1,19). Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

8.3.3 Приготовление раствора трилона Б (Комплексон III) с массовой долей 10%

Навеску 10 г трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют 90 см^3 дистиллированной воды. Раствор нейтрализуют 2% раствором гидроксида натрия до pH=5,6 по индикаторной бумажке.

Срок хранения 3 месяца.

8.3.4 Приготовление раствора п-нитрофенола с массовой долей 0,1%

Навеску 0,1 г п-нитрофенола помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят до внешних изменений.

8.3.5 Приготовление раствора АШ-резорцина с массовой долей 0,05%

Навеску 0,05 г АШ-резорцина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 30-50 см^3 дистиллированной воды, перемешивают до растворения соли и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в количестве, достаточном на 3-4 рабочих дня и хранят в темном прохладном месте.

8.3.6 Приготовление ацетатного буферного раствора с pH=5,6-5,8

Навеску 72 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды. После охлаждения раствора прибавляют 115,7 см^3 концентрированной уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают. Величину pH контролируют на pH-метре.

Срок хранения 1 месяц.

8.3.7 Приготовление основного градуировочного раствора бора с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 из ГСО

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. 1 см^3 раствора должен содержать 100 мкг бора.

Срок хранения 1 месяц.

8.3.8 Приготовление основного градуировочного раствора бора с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 из борной кислоты

Навеску 0,286 г высушенной в эксикаторе борной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения 1 месяц.

8.3.9 Приготовление рабочего градуировочного раствора бора с массовой концентрацией 10 мкг/см^3

Раствор готовят из основного градуировочного раствора бора путем разбавления. 10 см^3 основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. 1 см^3 раствора должен содержать 10 мкг бора.

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.4 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией бора от 0,04 до 0,60 мг/дм^3. Условия проведения анализа должны соответствовать п.7.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2. Образцы для градуировки готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3 и проводят через весь ход анализа по п.9.

Погрешность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки, не превышает 2,5 %.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора бора (С=10 мкг/см^3), помещенная в мерную колбу вместимостью 50 см^3, см^3,	Массовая концентрация бора в градуировочных растворах, мг/дм^3
1	0,0	0,0
2	0,2	0,04
3	0,5	0,10
4	0,8	0,16
5	1,0	0,20
6	1,5	0,30
7	2,0	0,40
8	2,5	0,50
9	3,0	0,60

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм^3.

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал, а также после ремонта или поверки прибора, при использовании новой партии реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

$$| X - C | \le 0{,}01 \cdot 1{,}96 \cdot C \cdot u_{I(TOE)}, \qquad (1)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации бора в образце для градуировки, мг/дм^3;

C – аттестованное значение массовой концентрации бора, мг/дм^3;

$u_{I(TOE)}$ - стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности, %.

Значения $u_{I(TOE)}$ приведены в Приложении А.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

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

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Аликвотную часть анализируемой воды 1-25 см^3, содержащую не более 30 мкг бора (оптимально 5-20 мкг), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Если аликвота менее 25 см^3, доводят дистиллированной водой до ≈ 25 см^3. Прибавляют 2 капли 0,1% раствора п-нитрофенола и нейтрализуют соляной кислотой (1:19) до обесцвечивания желтого раствора (в случае кислых вод сначала добавляют гидроксид натрия до появления желтой окраски индикатора, а затем добавляют раствор соляной кислоты

до обесцвечивания раствора). Далее прибавляют 2 $см^3$ 10% раствора трилона Б (при содержании кальция и магния более 20 мг в аликвотной части анализируемой пробы воды прибавляют 5 $см^3$ 10% раствора трилона Б), добавляют 5 $см^3$ 0,05 % раствора АШ-резорцина. Раствор перемешивают после добавления каждого реактива. Раствор доводят до метки ацетатным буферным раствором, тщательно перемешивают и оставляют в темном месте до следующего дня.

На следующий день (через 17-20 ч) измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к холостой пробе.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию бора X ($мг/дм^3$) рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot K \qquad (2)$$

где C- массовая концентрация бора, найденная по градуировочному графику, $мг/дм^3$;

K - коэффициент разбавления.

При необходимости за результат измерений $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср} \qquad (4)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

При невыполнении условия (4) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 3 – Диапазоны измерений, значения предела повторяемости и воспроизводимости при вероятности Р=0,95

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R,%
От 0,04 до 0,1 вкл.	22	31
Св. 0,1 до 0,6 вкл.	20	25
Св. 0,6 до 6 вкл.	14	22

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm U$, мг/дм^3,

где X – результат измерений массовой концентрации бора, установленный по п.10, мг/дм^3;

U – значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата k=2), мг/дм^3.

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн.} \cdot X \qquad (5)$$

Значение $U_{отн.}$ приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm U_л$, мг/дм^3, Р=0,95, при условии $U_л < U$, где $U_л$ - значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Общие положения

12.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;

- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

12.1.2 При проведении контроля стабильности градуировочной характеристики и проведении контроля процедуры измерений в лаборатории используют либо приведенные в бюджете неопределенности стандартные отклонения промежуточной прецизионности, либо установленные в лаборатории, при выполнении следующего условия: $\sigma_{R_л} \le \sigma_{I(TOE)} \le \sigma_R$, где

σ_R - стандартное отклонение (СКО) воспроизводимости, приведенное в бюджете неопределенности;

$\sigma_{I(TOE)}$ - стандартное отклонение (СКО) промежуточной прецизионности, приведенное в бюджете неопределенности;

$\sigma_{R_л}$ - СКО внутрилабораторной прецизионности, установленное в лаборатории при внедрении методики измерений.

12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|, \qquad (5)$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации бора в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3;

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации бора в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2\sqrt{\sigma^2_{I(TOE)_{X'_{ср}}} + \sigma^2_{I(TOE)_{X_{ср}}}}, \qquad (6)$$

где $\sigma^2_{I(TOE)_{x'_{cp}}}$, $\sigma^2_{I(TOE)_{x_{cp}}}$ - стандартные отклонения промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации бора в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (7)$$

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

12.3 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| C_{ср} - C \right|, \qquad (8)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации бора в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3;

C – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2 \cdot C \cdot 0{,}01 \cdot \sigma_{I(TOE)}, \qquad (9)$$

где $\sigma_{I(TOE)}$ - стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующее массовой концентрации бора в образце для контроля, мг/дм^3.

C – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм^3.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		(от 0,04 – 0,1) мг/дм^3	(св. 0,1 – 0,6) мг/дм^3	(св. 0,6 – 6) мг/дм^3
Приготовление градуировочных растворов, u_1, %	В	2,5	2,5	2,5
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_2, %	В	1,5	1,3	1,3
Подготовка проб к анализу, u_3, %	В	1,8	1,8	1,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости[3], u_r (σ_r), %	А	8	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности[3], $u_{I(TOE)}$ ($\sigma_{I(TOE)}$), %	А	9	7,5	7
Стандартное отклонение измерений, полученных в условиях воспроизводимости, u_R (σ_R), %	А	11	9	8
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c, %		13	10	8,5
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при k = 2, %		26	20	17

Примечания.
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

[3] Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 028/01.00301-2010/2011

Методика измерений массовой концентрации бора в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах фотометрическим методом с АШ-резорцином,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных вод;

разработанная ФБУ «ФЦАО» 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:3:4:237-2007 «Методика измерений массовой концентрации бора в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах фотометрическим методом с АШ-резорцином», 2011 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 листах.

Директор ФБУ «ФЦАО» С.А. Хахалин

Дата выдачи: 25.11.2011 г.

125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1, тел.: (495) 943-29-44, www.fcao.ru

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 646-6068, 608-7617, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 028/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации бора в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах фотометрическим методом с АШ-резорцином на 2 листах

1 Показатели точности измерений[1] приведены в таблице 1

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u, %	Расширенная относительная неопределенность[2], U при коэффициенте охвата k = 2, %
От 0,04 до 0,1 вкл.	13	26
Св. 0,1 до 0,6 вкл.	10	20
Св. 0,6 до 6 вкл.	8,5	17

2 Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации бора

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации бора

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		(от 0,04 – 0,1) мг/дм^3	(св. 0,1 – 0,6) мг/дм^3	(св. 0,6 – 6) мг/дм^3
Приготовление градуировочных растворов, u_1, %	B	2,5	2,5	2,5
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_2, %	B	1,5	1,3	1,3
Подготовка проб к анализу, u_3, %	B	1,8	1,8	1,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости[3], u_r (σ_r), %	A	8	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности[3], $u_{I(TOБ)}$ ($\sigma_{I(TOБ)}$), %	A	9	7,5	7
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, u_R, (σ_R),%	A	11	9	8
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c, %		13	10	8,5
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при k = 2, %		26	20	17

Примечания.

1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.

2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

---

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

[3] Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

к свидетельству № 028/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации бора в питьевых, поверхностных, подземных пресных и сточных водах фотометрическим методом с АШ-резорцином на 2 листах

3 Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Таблица 3 - Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Наименование операции	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Значение норматива при вероятности P = 0,95,%		
		(от 0,04 – 0,1) мг/дм^3	(св. 0,1 – 0,6) мг/дм^3	(св. 0,6 – 6) мг/дм^3
Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений)	Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	r		
		22	20	14
Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому	R[4]		
		31	25	22

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»
Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389, дата выдачи: 24.11.2009 г.) Т.Н. Попова

[4] Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.

gost.e-ecolog.ru