ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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



В.И.Цуканов
2012 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФТОРИД-ИОНОВ В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.270-2012

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2012 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»).

Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

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

Разработчик:

Аналитический центр ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7. стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22
Телефон /факс: (495) 439 52 13
Электронный адрес: gost.e-ecolog.ru
Адрес сайта: 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.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику количественного химического анализа различных типов вод с целью измерения массовой концентрации фторид-ионов (далее фторидов) потенциометрическим методом.

Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые, в том числе расфасованные в емкости и минеральные природные; воды природные, в том числе поверхностных и подземных источников водоснабжения; воды сточные, в том числе производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные.

Диапазон измерений массовых концентраций фторидов в питьевых и природных водах составляет от 0,15 до 7,0 мг/дм^3 и сточных водах – от 0,15 до 20 мг/дм^3.

Мешающее влияние, обусловленное присутствием алюминия и железа в количествах более 0,5 мг/дм^3 и 0,3 мг/дм^3, соответственно, устраняют в ходе анализа введением буферного раствора обеспечивающего значение pH 4,9 — 5,5.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ Р 12.1.019-2009. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117-78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3773-72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4386-89 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов

ГОСТ 4463-76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 27384-2002 Вода. Нормы погрешностей измерений показателей состава и свойств

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с показателями точности, не превышающими значений, приведенных в таблице 1. Границы относительной погрешности измерений не превышают нормы погрешностей, установленные ГОСТ 27384.

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), $\pm\delta$, %
Питьевые и природные воды			
от 0,15 до 0,75 вкл.	6	9	18
св.0,75 до 7,0 вкл.	3	4,5	10
Сточные воды			
от 0,15 до 1,0 вкл.	8	12	25
св.1,0 до 20,0 вкл.	3	4,5	10
Примечание – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2			

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении потенциала ионоселективного электрода и установлении его зависимости от активности (концентрации) фторид-ионов.

Блок-схема проведения анализа приведена в Приложении 1.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

5.1.1 Весы лабораторные с максимальной нагрузкой 210 г высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Государственный стандартный образец (далее ГСО) состава водного раствора фторид-ионов с относительной погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности P=0,95 не более 1 %.

5.1.3 Иономер, функционирующий в режиме измерения концентраций ионов, например, «Анион - 410» или pH-метр-милливольтметр любого типа.

5.1.4 Колбы мерные вместимостью 10; 50; 100; 200; 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2 класс точности.

5.1.5 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 20 $см^3$ по ГОСТ 29227, 2 класс точности.

5.1.6 Пипетки с одной меткой вместимостью 2 и 20 $см^3$ по ГОСТ 29169, 2 класс точности.

5.1.7 Электрод ионоселективный (фторидный), например, фирмы ORION, модель 94-09 SC или «Вольта 3000».

5.1.8 Электрод сравнения хлорсеребряный, например, фирмы ORION модель 900100 или ЭВЛ-1М3.1.

5.1.9 Мешалка магнитная любой модели.

5.1.10 Стаканы пластиковые вместимостью 50 $см^3$.

5.1.11 Флаконы полиэтиленовые вместимостью 250 $см^3$ и 500 $см^3$.

5.1.12 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре от 2 °С до 10 °С.

Допускается использование средств измерения, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

5.2. Реактивы и материалы

5.2.1 Аммоний уксуснокислый, ч.д.а., по ГОСТ 3117.

5.2.2 Аммоний хлористый, х.ч., по ГОСТ 3773.

5.2.3 Бумага индикаторная универсальная, позволяющая измерять pH в диапазоне от 1 до 12 ед. pH с шагом 1 ед. pH по ТУ 2642-008-11764404-99 или по ТУ 6-09-1181-76.

5.2.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).

5.2.5 Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

5.2.6 Натрия гидроокись, ч.д.а. по ГОСТ 4328.

5.2.7 Натрий фтористый, ч.д.а. по ГОСТ 4463.

5.2.8 Этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (Трилон Б) по ГОСТ 10652.

Допускается использование реактивов более высокой квалификации, а также материалов с аналогичными или лучшими характеристиками.

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

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

6.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ Р 12.0.004.

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

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой потенциометрического анализа и изучивший правила эксплуатации используемого оборудования.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	от 20 °С до 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593. Отбор проб воды осуществляют во флаконы из полимерного материала (за исключением полифторэтиленового). Объём отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

9.2 Максимально рекомендуемый срок хранения пробы 30 суток при температуре не выше 28 °С.

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

- цель анализа;
- место, дата, время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка прибора

Подготовку иономера или pH-метра-милливольтметра к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

10.2 Приготовление растворов

10.2.1 Приготовление буферного раствора (БРОИС – Буфер Регулировки Общей Ионной Силы)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают (37,5 ± 0,1) г хлористого аммония, (1,25 ± 0,01) г уксуснокислого аммония и (15,0 ± 0,1) г трилона Б. Соли растворяют в 400 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора водой до метки. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.2.1 При работе на иономере, функционирующем в режиме измерения концентрации

Из ГСО готовят градуировочный раствор с массовой концентрацией фторидов 20 $мг/дм^3$. Далее из приготовленного раствора путем последовательных разбавлений готовят градуировочные растворы с массовыми концентрациями фторидов 2,0 и 0,15 $мг/дм^3$. Срок хранения раствора с концентрацией 0,15 $мг/дм^3$ – 1 месяц при комнатной

температуре, растворов с концентрациями 2,0 и 20,0 мг/дм^3 – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.2.2 При работе на pH-метре-милливольтметре

Из ГСО готовят основной градуировочный раствор с массовой концентрацией фторидов 190 мг/дм^3. Далее из основного раствора путем последовательных разбавлений в 10 раз готовят градуировочные растворы с массовыми концентрациями фторидов 19; 1,9 и 0,19 мг/дм^3. Срок хранения раствора с концентрацией 0,19 мг/дм^3 – 1 месяц при комнатной температуре, растворов с концентрациями 1,9 и 19,0 мг/дм^3 – 3 месяца при комнатной температуре.

Примечание – Допускается приготовление основного градуировочного раствора (с массовой концентрацией фторид иона 190 мг/дм^3) из фторида натрия, высушенного предварительно при (105 ± 2) °С до постоянной массы. Для этого навеску (0,4199 ± 0,0005) г фтористого натрия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды.

10.2.3 Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 500 см^3 в небольшом количестве дистиллированной воды растворяют (1,00 ± 0,01) г NaOH. Объём раствора доводят водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом флаконе. Срок хранения – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 500 см^3 к небольшому количеству дистиллированной воды осторожно при перемешивании прибавляют 42,5 см^3 концентрированной соляной кислоты. Объём раствора доводят водой до метки. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают каждые 3 месяца, а также при смене партии любого из реактивов и после ремонта потенциометра.

10.3.1 При работе на иономере, функционирующем в режиме измерения концентрации

Для установления градуировочной характеристики в пластиковые стаканчики пипеткой наливают по 20 мл градуировочных растворов, приготовленных по 10.2.2.1, добавляют по 2 мл буферного раствора, опускают электрод в раствор с наименьшим содержанием фторидов. Перемешивая раствор с помощью магнитной мешалки, добиваются удаления пузырьков воздуха с торцевой поверхности электрода, и после выдержки 1-2

минуты измеряют значение потенциала. Измерение проводят последовательно в каждом растворе.

Градуировочную характеристику записывают в память прибора в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Значение крутизны электродной функции должно быть (58 ± 2) мВ.

10.3.2 При работе на pH-метре-милливольтметре

Для установления градуировочной характеристики, в пластиковые стаканчики наливают по 20 мл растворов приготовленных по 10.2.2.2, в каждый стаканчик добавляют по 2 мл буферного раствора. Последовательно, начиная с раствора с наименьшей концентрации фторидов, измеряют значение равновесного потенциала каждого раствора так же, как описано в 10.3.1. По полученным результатам строят градуировочный график в координатах: значение потенциала, мВ — pF (отрицательный логарифм концентрации фторид-ионов,-lg[F^-], моль/дм^3).

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

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

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение для этого градуировочного раствора.

Если повторно контроль стабильности градуировочной характеристики дает неудовлетворительный результат, то выясняют и устраняют причины нестабильности и строят новый градуировочный график.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

20 см^3 анализируемой пробы* помещают в пластиковый стаканчик, добавляют 2 см^3 буферного раствора, опускают электрод в анализируемый раствор при перемешивании, добиваясь удаления пузырьков воздуха с торцевой поверхности электрода. Через 1 – 2 минуты измеряют концентрацию фторидов в мг/дм^3 при работе на иономере, функционирующем в режиме измерения концентрации, или значение равновесного потенциала в мВ при работе на pH-метре-милливольтметре. В последнем случае по градуировочному графику находят pF.

**Если pH анализируемой пробы меньше 4,00 ед. pH или больше 9,00 ед. pH, то пробу предварительно нейтрализуют раствором гидроксида натрия (10.2.3) или раствором соляной кислоты (10.2.4) до 4 – 7 ед. pH, контролируя значение pH с помощью индикаторной бумаги или pH метра.*

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

По полученному значению pF (если измерение проводили на pH-метре-милливольтметре) пересчитывают концентрацию фторидов в мг/дм^3 с помощью таблицы в Приложении 2.

Если пробу разбавляли, то при вычислении результатов измерений концентрации фторидов в анализируемой пробе воды учитывают разбавление:

$$X = \frac{X_F \cdot V_k}{V_n}$$

где:

X — концентрация фторид-ионов в анализируемой пробе, мг/дм^3

X_F — концентрация фторид-ионов, в разбавленной пробе (измеренная или найденная по градуировочному графику), мг/дм^3;

V_n — объём пробы, взятый для анализа, см^3;

V_k — объём колбы для разбавления, см^3.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

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

где

$\Delta = \delta \times 0{,}01 \times X_F$ – значение характеристики погрешности, мг/дм^3;

δ – значение показателя точности, % (таблица 1).

Результаты измерений концентрации фторид-ионов при занесении в протокол анализа округляют с точностью:

при содержании от 0,15 до 10 мг/дм^3 — 0,01 мг/дм^3

при содержании свыше 10 мг/дм^3 — 0,1 мг/дм^3

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X_1, X_2) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r$$

Значения пределов повторяемости (r) приведены в таблице 2.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1}$, $X_{лаб2}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200\frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R$$

Значения пределов воспроизводимости (R) приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, %
Питьевые и природные воды		
от 0,15 до 0,75 вкл.	17	25
от 0,75 до 7,0 вкл	8	13
Сточные воды		
от 0,15 до 1,0 вкл.	22	34
от 1,0 до 20,0 вкл.	8	13

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 При регулярном выполнении анализов проб по настоящей методике рекомендуется проводить контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725 (часть 6). Образец для контроля готовят с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты и дистиллированной воды. Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

15.2 Оперативный контроль точности результатов измерений рекомендуется проводить с каждой серией проб, если анализ по методике выполняется эпизодически, а также при возникновении необходимости подтверждения результатов измерений отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений, результата, превышающего ПДК и т.п.).

В качестве образцов для контроля используют специально приготовленные растворы в дистиллированной воде с использованием ГСО состава водного раствора фторидов или фторида натрия, гарантированной чистоты.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$К_к = |X - C|,$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля;

C – аттестованное значение определяемого компонента в образце для контроля.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле

$$К = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ – характеристика погрешности аттестованного значения определяемого компонента в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм^3.

Примечание – На первом этапе проведения контроля после внедрения методики допускается считать $\Delta_д = 0{,}84\,\Delta$, где Δ – приписанная характеристика погрешности методики, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \times C \times \delta$$

Значения показателя точности (δ, %) приведены в таблице 1.

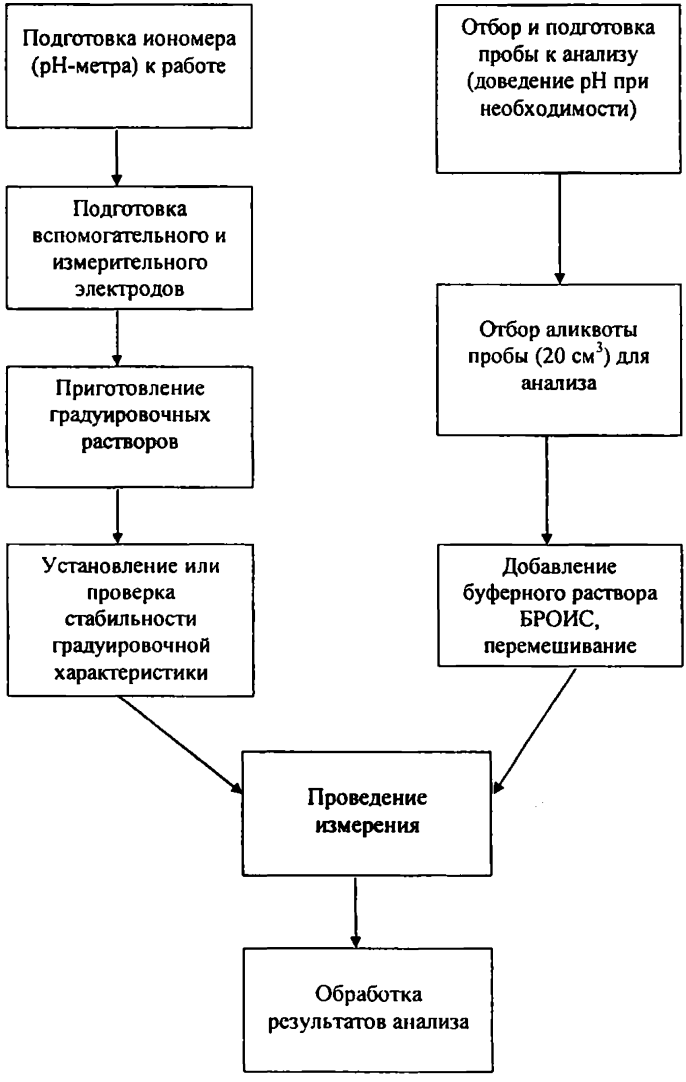
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K$$

При невыполнении условия контроль повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ФТОРИДОВ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ФТОРИД-СЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ



ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(обязательное)

Таблица пересчета pF в мг/дм^3 фторидов*

Pf	мг/дм^3	Pf	мг/дм^3	Pf	мг/дм^3	Pf	мг/дм^3	Pf	мг/дм^3
5,28	0,10	4,74	0,35	4,30	0,95	3,86	2,62	3,42	7,22
5,24	0,11	4,72	0,36	4,28	1,00	3,84	2,76	3,40	7,56
5,20	0,12	4,70	0,38	4,26	1,05	3,82	2,87	3,38	7,92
5,16	0,13	4,68	0,40	4,24	1,09	3,80	2,90	3,36	8,30
5,13	0,14	4,66	0,42	4,22	1,15	3,78	3,15	3,34	8,68
5,10	0,15	4,64	0,44	4,20	1,20	3,76	3,31	3,32	9,10
5,07	0,16	4,62	0,46	4,18	1,26	3,74	3,46	3,30	9,52
5,04	0,17	4,60	0,48	4,16	1,31	3,72	3,63	3,28	9,975
5,02	0,18	4,58	0,50	4,14	1,38	3,70	3,80	3,26	10,45
5,00	0,19	4,56	0,52	4,12	1,44	3,68	3,97	3,24	10,93
4,98	0,20	4,54	0,55	4,10	1,51	3,66	4,16	3,22	11,46
4,96	0,21	4,52	0,57	4,08	1,58	3,64	4,35	3,20	11,99
4,94	0,22	4,50	0,60	4,06	1,65	3,62	4,56	3,18	12,56
4,92	0,23	4,48	0,63	4,04	1,73	3,60	4,77	3,16	13,15
4,90	0,24	4,46	0,66	4,02	1,81	3,58	4,99	3,14	13,78
4,88	0,25	4,44	0,69	4,00	1,90	3,56	5,23	3,12	14,42
4,86	0,26	4,42	0,72	3,98	2,00	3,54	5,47	3,10	15,09
4,84	0,27	4,40	0,76	3,96	2,09	3,52	5,74	3,08	15,81
4,82	0,28	4,38	0,79	3,94	2,19	3,50	6,00	3,06	16,55
4,80	0,29	4,36	0,83	3,92	2,28	3,48	6,29	3,04	17,33
4,78	0,32	4,34	0,87	3,90	2,39	3,46	6,59	3,02	18,15
4,76	0,33	4,32	0,92	3,88	2,50	3,44	6,89	3,00	19,00

*ГОСТ 4386-89

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

№ 007/01.00301-2010/2012

Методика измерений массовых концентраций фторид-ионов в питьевых, природных и сточных водах потенциометрическим методом,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава питьевых, природных и сточных вод,

разработанная Аналитическим центром ЗАО «РОСА» 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.270-2012 «Методика измерений массовых концентраций фторид-ионов в питьевых, природных и сточных водах потенциометрическим методом», 2012 г., на 13 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 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» **В.И.Пукинов**

Дата выдачи: 25.05.2012 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.: 646-5068, 608-7617, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 007/01.00301-2010/2012 об аттестации методики измерений массовых концентраций фторид-ионов в питьевых, природных и сточных водах потенциометрическим методом

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), ± δ, %
Питьевые и природные воды			
от 0,15 до 0,75 вкл.	6	9	18
св.0,75 до 7,0 вкл.	3	4,5	10
Сточные воды			
от 0,15 до 1,0 вкл.	8	12	25
св.1,0 до 20,0 вкл.	3	4,5	10
Примечание – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности			

Таблица 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, %
Питьевые и природные воды		
от 0,15 до 0,75 вкл.	17	25
от 0,75 до 7,0 вкл	8	13
Сточные воды		
от 0,15 до 1,0 вкл.	22	34
от 1,0 до 20,0 вкл.	8	13

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

gost.e-ecolog.ru