ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»
_____ И.Е.Стефанов
"21" апреля 2010 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АНИОННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С МЕТИЛЕНОВЫМ СИНИМ (МИКРОЭКСТРАКЦИЯ)

ПНД Ф 14.1:2.258-10

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2010 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГУ «ФЦАО»).

Директор ФГУ «ФЦАО»  И.Л.Феофанов

Разработчик:
Аналитический центр ЗАО "РОСА"
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7 **стр. 35**
Телефон: (495) 439 52 13
Факс: (495) 435 13 00

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

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику фотометрического определения анионных СПАВ в пробах природных и сточных вод в диапазоне массовых концентраций от 0,10 до 100 мг/дм^3. При массовой концентрации свыше 2,0 мг/дм^3 требуется предварительное разбавление пробы.

Определению мешают анионы и восстановители:

- хлориды в концентрации свыше 75 мг/дм^3,
- нитраты в концентрации свыше 10 мг/дм^3,
- роданиды в концентрации свыше 0,5 мг/дм^3,
- тиосульфаты и сульфиды в концентрациях свыше 10 мг/дм^3,
- сульфиты – свыше 5 мг/дм^3.

Мешающее влияние указанных анионов устраняют в ходе проведения анализа.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод определения массовой концентрации анионных СПАВ основан на их взаимодействии с метиленовым синим в щелочной среде с образованием ионных ассоциатов, экстрагируемых в хлороформ. Для устранения мешающего влияния анионов, полученные хлороформные экстракты обрабатывают кислым раствором метиленового синего, после чего измеряют оптическую плотность экстракта при длине волны 650 нм. Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

2. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1

Значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r (δ), %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R (δ), %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95) ± δ_c, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики при P=0,95), ± δ, %
от 0,1 до 1,0 вкл.	13	21,5	8	43
св. 1,0 до 10,0 вкл.	10	17,5	7	35
св. 10,0 до 100 вкл.	8	11	5	22

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений и вспомогательное оборудование

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,0001 г.
- Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора АСПАВ (додецилсульфат натрия кристаллический или раствор с концентрацией 1 мг/см^3).
- Колбы мерные вместимостью 10, 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см3 по ГОСТ 29227, 2 класс точности.
- Пипетки с одной меткой вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 см^3 по ГОСТ 29169, 2 класс точности.
- Пробирки градуированные вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 1770.
- Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 650 нм и снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя 10 мм.
- pH-метр лабораторный с пределом допускаемых значений основной абсолютной погрешности ± 0,05 ед. pH.
- Цилиндры мерные вместимостью 10, 1000 см^3 по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Воронки делительные вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336.
- Встряхиватель, снабженный насадкой для делительных воронок, обеспечивающий их встряхивание возвратно-поступательным движением, с регулируемой скоростью встряхивания или любое другое устройство, позволяющее проводить экстракцию в воспроизводимых условиях.

Примечание: Допускается проведение экстракции вручную.

- Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или деионизованной 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.
- Стаканы вместимостью 50, 1000, 2000 см^3 по ГОСТ 25336.
- Флаконы из темного стекла вместимостью 1000 см^3 (для хранения растворов реактивов).
- Флакон пластиковый вместимостью 1000 см^3 (для хранения щелочного буферного раствора).
- Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре 2 – 10 °С.
- Штатив для пробирок.
- Штатив для делительных воронок

Допускается использование других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных и

вспомогательных устройств с техническими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

3.2. Реактивы и материалы

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).
- Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204.
- Натрий гидроокись (натрия гидроксид, едкий натр), ч.д.а. по ГОСТ 4328.
- Калий фосфорнокислый однозамещенный, чда., по ГОСТ 4198.
- Метиленовый синий, ч., ТУ 6-09-29
- Хлороформ, ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 20015.
- Натрий сернокислый безводный (натрия сульфат), х.ч. по ГОСТ 4166.
- Вата медицинская гигроскопическая, нестерильная по ГОСТ 5556.

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации или импортные аналоги.

4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

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

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

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

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений допускают химика-аналитика, владеющего техникой экстракционно-фотометрического анализа и изучившего правила эксплуатации используемого оборудования.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20 – 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
частота переменного тока	(50 ± 1) Гц
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

7.1. Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 «Вода. Общие требования к отбору проб».

7.2. Отбор проб воды осуществляют в стеклянные герметично закупоривающиеся бутыли. Объём отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

7.3. Пробу следует анализировать в день отбора. Если пробу нельзя проанализировать в день отбора, её консервируют хлороформом из расчета 2 – 4 $см^3$ на 1000 $см^3$ пробы. Законсервированную пробу хранят при температуре 2 – 10 °С не более 7 суток.

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

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

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

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

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление нейтрального раствора метиленового синего

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 0,35 г метиленового синего, добавляют 500 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют на 24 ч до полного растворения навески. Содержимое колбы перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Реактив хранят при комнатной температуре в течение 6 мес.

8.2.2. Приготовление кислого раствора метиленового синего

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 0,35 г метиленового синего, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют к раствору 6,5 $см^3$ серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят за 24 часа до использования. Реактив хранят при комнатной температуре в течение 6 мес.

8.2.3. Приготовление фосфатного буферного раствора (10,0 ± 0,2 ед.pH)

16,33 г калия фосфорнокислого помещают в стакан вместимостью 2000 $см^3$ и растворяют его в 1200 $см^3$ дистиллированной воды, отмеривая воду цилиндром. Навеску 5,04 г гидроокиси натрия помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 630 $см^3$ дистиллированной воды, отмеривая воду цилиндром. Оба раствора смешивают в стакане вместимостью 2000 $см^3$ и выдерживают в течение суток. Значение pH полученного буферного раствора контролируют с помощью pH-метра. При необходимости значение pH доводят до 10,0 ± 0,2 ед. pH, прибавляя несколько кристаллов фосфорнокислого калия, если pH более 10,2 ед. pH, или по каплям любой раствор гидроокиси натрия, имеющийся в лаборатории (с концентрацией 5 – 30

%), если pH менее 9,8 ед. pH. В дальнейшем pH буферного раствора проверяют не реже одного раза в месяц.

8.2.4. Приготовление основного стандартного раствора с концентрацией АСПАВ 100 мг/дм^3

Раствор готовят из государственного стандартного образца состава АСПАВ (кристаллический додецилсульфат натрия). Содержимое ампулы ГСО количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

В случае приготовления основного стандартного раствора АСПАВ из ГСО с концентрацией 1 мг/см^3, раствор пипеткой 5 см^3 отбирают в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора 3 месяца при температуре 2 – 10 °С с добавлением хлороформа из расчета 2 – 4 см^3 на 1000 см^3.

8.2.5. Приготовление рабочего стандартного раствора (I) с концентрацией АСПАВ 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой переносят 10 см^3 основного стандартного раствора АСПАВ с концентрацией 100 мг/см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

8.2.6. Приготовление рабочего стандартного раствора (II) с концентрацией АСПАВ 1,0 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой переносят 10 см^3 рабочего стандартного раствора (I) с концентрацией АСПАВ 10 мг/дм^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

8.3. Установление градуировочной характеристики

В мерные колбы (или градуированные пробирки) вместимостью 10 см^3 последовательно вносят 1,0 – 2,0 – 4,0 см^3 рабочего стандартного раствора (II) АСПАВ и 1,0 – 1,5 – 2,0 см^3 рабочего стандартного раствора (I) АСПАВ. Объём растворов доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Концентрация АСПАВ в полученных растворах составляет соответственно 0,10 – 0,20 – 0,40 – 1,0 – 1,5 – 2,0 мг/дм^3. Приготовленные градуировочные растворы переливают в делительные воронки вместимостью 50 см^3, прибавляют 1 см^3 фосфатного буферного раствора и 1 см^3 нейтрального метиленового синего. Содержимое воронок перемешивают и в каждую добавляют по 3 см^3 хлороформа. Смесь энергично вручную или с помощью встряхивателя встряхивают в течение 1 мин, и после расслоения фаз, нижний слой сливают в другую делительную воронку, содержащую 10 см^3 дистиллированной воды и 1 см^3 кислого раствора метиленового синего. В

первую делительную воронку вновь добавляют 3 $см^3$ хлороформа и повторяют операцию экстрагирования, хлороформный экстракт также сливают во вторую делительную воронку. Третью экстракцию проводят аналогичным способом. Затем содержимое второй воронки встряхивают в течение 1 мин и оставляют до полного расслоения. Экстракт сливают в пробирку вместимостью 10 $см^3$ через воронку с ватой, предварительно смоченной хлороформом, и доводят объем раствора до 10 $см^3$ хлороформом. Измеряют оптическую плотность полученного экстракта при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно хлороформа.

Одновременно проводят измерения оптической плотности экстракта холостой пробы. В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду, проведенную через весь ход анализа. Значение оптической плотности экстракта холостой пробы, не должно превышать 0,030 ед.абс.

Значения оптической плотности стандартных растворов $D_{ст.р}$ (ед. абс) рассчитывают по разности значений оптической плотности градуировочных растворов ($D_{г.р.}$) и значения оптической плотности холостой пробы (D_o). Градуировочный график строят в координатах $D_{ст.р}$ (ед. абс) – концентрация АСПАВ (мг/$дм^3$).

Градуировочную характеристику устанавливают заново при смене партии любого из реактивов, после ремонта или юстировки фотоколориметра, но не реже 1 раза в три месяца.

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 не превышает значения норматива контроля стабильности, который устанавливают в лаборатории при внедрении методики. Значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики не должно превышать 20 %.

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

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее 2-х других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата градуировочную характеристику устанавливают заново.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Анализ холостой пробы

Перед проведением каждой серии измерений выполняют анализ холостой пробы. В качестве холостой пробы используют 10,0 $см^3$ дистиллированной воды, проведенной через весь ход анализа.

9.2. Анализ проб

10,0 $см^3$ анализируемой пробы или меньший ее объем, доведенный до 10,0 $см^3$ дистиллированной водой, помещают в делительную воронку вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 1,0 $см^3$ фосфатного буферного раствора, 1,0 $см^3$ нейтрального метиленового синего и проводят экстракцию хлороформом так же, как при построении градуировочной характеристики (п. 8.3.).

Примечание: В случаях плохого разделения фаз после последней экстракции кислым раствором метиленового синего, нижний хлороформный слой из делительной воронки сливают в стаканчики и прибавляют сульфат натрия небольшими порциями, перемешивая содержимое стеклянной палочкой до полного осушения хлороформа. Высушенный хлороформный экстракт сливают в пробирку, а сульфат натрия промывают несколькими небольшими порциями хлороформа (по 1 – 2 $см^3$), собирая их в ту же пробирку.

Оптическую плотность экстракта анализируемой пробы ($D_{пробы}$, ед. абс.) рассчитывают по формуле:

$$D_{пробы} = D_1 - D_o,$$

где D_1 – измеренное значение оптической плотности экстракта пробы, ед. абс.

D_o – значение оптической плотности экстракта холостой пробы, ед. абс.

По градуировочному графику находят концентрацию АСПАВ (С, $мг/дм^3$).

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию АСПАВ в пробе ($X_{АСПАВ}$, $мг/дм^3$) рассчитывают по формуле:

$$X_{АСПАВ} = C \cdot K_р$$

где: С – концентрация АСПАВ, найденная по градуировочному графику, $мг/дм^3$;

$K_р$ – коэффициент предварительного разбавления пробы (при необходимости).

10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

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

где $\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot X$,

δ – значение показателя точности, % (см. табл. 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при содержании от 0,1 до 1,0 мг/дм^3 — 0,01 мг/дм^3
при содержании от 1,0 до 10,0 мг/дм^3 — 0,1 мг/дм^3
при содержании от 10 до 100 мг/дм^3 — 1 мг/дм^3

11. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТР ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 2.

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

Таблица 2

Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов измерений), r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
от 0,1 до 1,0 вкл.	22	60
св. 1,0 до 10,0 вкл.	20	49
св.10, 0 до 100 вкл.	14	31

12.КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

13.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и внутрилабораторной прецизионности и погрешности).

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур (с использованием метода добавок, с использованием образцов для контроля и т.п.), а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

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

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

$$К_к = Х - С$$

где Х – результат анализа, мг/дм^3;

С – аттестованное значение АСПАВ в образце для контроля, мг/дм^3.

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

$$К = \Delta_л$$

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

Примечание: На первом этапе допускается считать $\Delta л = 0,84\Delta$, где Δ - показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|К_к| \leq |К|$$

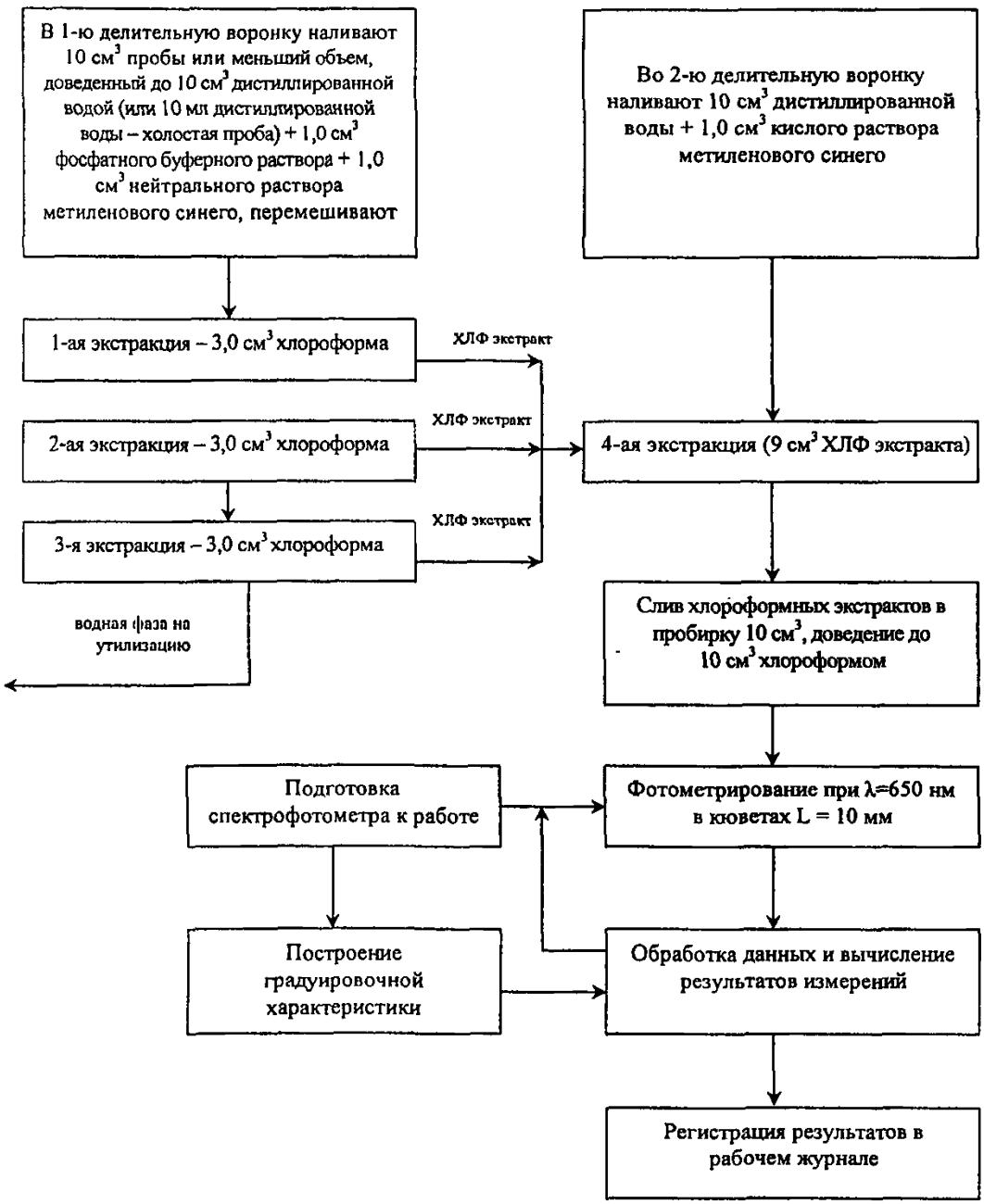
процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса не предъявляют.

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Блок-схема анализа при определении АСПАВ в воде с использованием микроэкстракции



003320

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.173 / 2009

Методика выполнения измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в природных и сточных водах фотометрическим методом с метиленовым синим (микроэкстракция),
наименование измеряемой величины, объекта и метода измерений

разработанная Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (г. Москва),
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией Г.И.Терентьев

Дата выдачи: 28.12.2009г.

Срок действия: —

МП

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

ЕТРОН

Приложение к свидетельству № 223.1.01.03.173 / 2009
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ
в природных и сточных водах фотометрическим методом
с метиленовым синим (микроэкстракция)

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), $\pm \delta_c$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,1 до 1 вкл	13	21,5	8	43
св. 1 до 10 вкл.	10	17,5	7	35
св. 10 до 100 вкл.	8	11	5	22

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости 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 результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,1 до 1 вкл.	22	60
св. 1 до 10 вкл.	20	49
св. 10 до 100 вкл.	14	31

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений. Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

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

[1] Соответствуют относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

gost.e-ecolog.ru