ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

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



С.И. Сухинин

“_____ 2006 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КРЕМНЕКИСЛОТЫ В ПЕРЕСЧЕТЕ НА КРЕМНИЙ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ, СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.215-06

(ФР.1.31.2007.03810)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2006 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Протокол № 2 заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 17 апреля 2006 г.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения в них кремнекислоты в диапазоне от 0,5 до 16,0 мг/дм^3 в пересчете на кремний фотометрическим методом в виде желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты.

Если массовая концентрация кремния в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация кремния соответствовала регламентированному диапазону.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе восстановителей (железа (II) и др.), фосфатов, фторидов, а также железа (III) в концентрациях свыше 20 мг/дм^3 и мутности, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п.9).

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации кремния основан на взаимодействии кремнекислоты с молибдатом аммония в кислой среде с образованием желтой кремнемолибденовой гетерополикислоты. Оптическую плотность растворов определяют при λ=410 нм.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 0,5 до 1,0 вкл.	35	12	17,5
св. 1,0 до 10 вкл.	30	11	15
св. 10 до 16 вкл.	25	9	12,5

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ =410 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм и 50 мм.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-20001.

Гири по ГОСТ 7328-2001.

Колбы мерные вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770-74.

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

Пипетки с одной отметкой вместимостью 15, 20 см^3 по ГОСТ 29169-91.

ГСО с аттестованным содержанием кремния 1 мг/см^3 с погрешностью не более 1% при P=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.

Полиэтиленовые бутыли для отбора проб и хранения растворов.

Примечания. 1. Допускается использование других средств измерений и 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.

Молибдат аммония по ГОСТ 3765-78.

Кислота винная по ГОСТ 5817-77 или

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-86.

Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

Все реактивы должны иметь квалификацию "хч" или "чда".

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

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

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой экстракционно-фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра.

6 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.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

7.1 Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".

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

7.3 Пробы воды отбирают в полиэтиленовые бутыли (подготовленные по п.7.2), предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 150 $см^3$.

7.4 Пробу можно хранить при температуре 2-5°С не более 5 суток. Для хранения используют полиэтиленовую посуду. Мутные пробы предварительно фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм.

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

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер 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 Подготовка посуды

Вся посуда должна быть подготовлена по п. 7.2.

8.3 Приготовление растворов

8.3.1 Приготовление раствора молибдата аммония, 5%

Навеску 5 г молибдата аммония помещают в коническую колбу и растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 10 дней.

8.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты

42 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (ρ=1,19) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

8.3.3 Приготовление раствора винной кислоты

Навеску 10 г винной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой. Вместо винной кислоты можно использовать щавелевую кислоту. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в темноте в течение 3 месяцев.

8.3.4. Приготовление основного градуировочного раствора кремния с концентрацией 0,1 мг/$см^3$ из ГСО.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. 1 $см^3$ раствора должен содержать 0,1 мг кремния.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 3 месяцев.

8.3.5. Приготовление рабочего градуировочного раствора кремния концентрацией 0,01 мг/$см^3$

Раствор готовят из основного раствора кремния 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 0,01 мг кремния.

Раствор готовят в день проведения анализа.

Приготовление градуировочных растворов из оксида кремния приведено в Приложении А.

8.4 Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией кремния 0,5-16 мг/дм^3. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п.6 и 10.

Строят два градуировочных графика.

График №1 - массовая концентрация кремния от 0,5 до 4,0 мг/дм^3, кювета с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

График №2 - массовая концентрация кремния от 4,0 до 16 мг/дм^3, кювета с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

Образцы для градуировки готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3, далее растворы переносят в колбы вместимостью 100 см^3 и проводят через весь ход анализа по п.10.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Массовая концентрация кремния в градуировочных растворах, мг/дм^3	Аликвотная часть раствора (см^3), помещаемая в мерную колбу вместимостью 25 см^3	
		Рабочий раствор с концентрацией 0,01 мг/см^3	Основной раствор с концентрацией 0,1 мг/см^3
1	0,0	0,0	0,0
2	0,5	1,25	
3	1,0	2,5	
4	2,0	5,0	
5	4,0	10,0	1,0
6	8,0		2,0
7	12,0		3,0
8	16,0		4,0

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 месяц или при смене 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:

$$| X - C | < 0{,}01 \cdot C \cdot 1{,}96 \sigma_{R_л} \qquad (1)$$

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

C – аттестованное значение массовой концентрации кремния в образце для градуировки, мг/дм^3;

$\sigma_{R_л}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_л} = 0{,}84 \sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

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 обнаруже-

нии нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1 Мешающее влияние железа (II) устраняют добавлением нескольких кристалликов надсернокислого аммония.

9.2 Для устранения влияния фосфатов добавляют растворы щавелевой или винной кислоты.

9.3 Сероводород и сульфиды удаляют подкислением и продуванием пробы воды воздухом.

9.4 Для удаления фторидов используют борную кислоту, добавляя 20-ти кратный ее избыток.

9.5 Влияние цветности и мутности учитывают путем компенсирования окраски во время фотометрирования (для этого проводят измерение оптической плотности фона исследуемой воды без добавления реактивов и последнюю вычитают из оптической плотности пробы).

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

25 $см^3$ (или меньший объем, доведенный до 25 $см^3$ дистиллированной водой) исследуемой воды помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 2,5 $см^3$ раствора молибдата аммония и через десять минут добавляют 2,5 $см^3$ раствора винной кислоты. Смесь перемешивают и спустя 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при λ=410 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм или 50 мм. Раствором сравнения служит дистиллированная вода.

При анализе слабоокрашенных и мутных вод необходимо провести опыт, в котором окрашенную пробу обрабатывают так же, как и при анализе, но без добавления реактивов. Оптические плотности полученных растворов "холостой", "рабочей" пробы и пробы на цветность измеряют относительно дистиллированной воды, для расчета истинной оптической плотности используют формулу:

$$D_{ист} = D_{рабоч} - D_{цветн} - D_{холост}$$

При анализе выполняют не менее двух параллельных определений.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание кремния X (мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

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

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

K - коэффициент разбавления.

За результат анализа $X_{ср}$ 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.

Таблица 3 - Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,5 до 1,0 вкл.	34
св. 1,0 до 10 вкл.	31
св. 10 до 16 вкл.	25

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

Расхождение между результатами анализа, 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 4.

Таблица 4 - Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,5 до 1,0 вкл..	49
св. 1,0 до 10 вкл.	42
св. 10 до 16 вкл.	35

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

Численное значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа X (мг/дм^3) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

X – результат анализа, полученный в точном соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

– способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации кремния в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11;

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации кремния в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации мето-

дики, соответствующие массовой концентрации кремния в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа 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.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C |, \qquad (8)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации кремния в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (9)$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере

накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа 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.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А

Приготовление градуировочных растворов кремния из оксида кремния

А.1 Оборудование, реактивы и материалы

Кремний оксид, ГОСТ 9428-73.

Натрия карбонат, ГОСТ 83-79.

Натрий тетраборнокислый (бура), ГОСТ 4199-76.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, раствор 1:3.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Платиновые тигли ГОСТ 6563-75.

Муфельная печь.

А.2 Приготовление основного градуировочного раствора с концентрацией 0,1 мг/см^3 кремния

100 мг оксида кремния (SiO_2) сплавляют в платиновом тигле с 3 г смеси безводной соли карбоната натрия и буры, взятых в соотношении 2:1, при t=900°С в течение 15-20 мин до получения прозрачного сплава. После охлаждения сплав переносят в полиэтиленовый стакан и заливают 200-300 см^3 дистиллированной воды и оставляют на ночь. Затем добавляют 100 см^3 соляной кислоты (1:3) и перемешивают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

А.3 Приготовление рабочего градуировочного раствора с концентрацией 0,01 мг/см^3 кремния

10 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

0697

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 224.01.03.044/2006

Методика выполнения измерений массовой концентрации кремнекислоты в
наименование измеряемой величины, объекта
пересчете на кремний в пробах природных, сточных вод фотометрическим методом,
и метода измерений
разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (г. Москва),
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

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

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе

Зав.лабораторией

Дата выдачи:

Срок действия: 05.03.2006 г.

05.03.2011 г.

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

Приложение к свидетельству № 224.01.03.044/2006
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации кремнекислоты в пересчете на кремний
в пробах природных, сточных вод фотометрическим методом

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$,%
от 0.5 до 1вкл.	12	17.5	35
св. 1 до 10 вкл.	11	15	30
св. 10 до 16 вкл.	9	12.5	25

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 0.5 до 1вкл.	34	49
св. 1 до 10 вкл.	31	42
св. 10 до 16 вкл.	25	35

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

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Зав. лабораторией 224 В.И. Панева
ФГУП «УНИИМ»

gost.e-ecolog.ru