ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

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



_____ К.А. Сапрыкин

_____ 2007 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ СВОБОДНОЙ И ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧНОСТИ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.245-07

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2007 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика внесена в ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР МЕТОДИК КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ДОПУЩЕННЫХ ДЛЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА (ПНД Ф) на основании протокола заседания Научно-технического совета.

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО»,
председатель НТС, к.т.н. А.В. Лебедев

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ предназначен для измерения свободной и общей щелочности в природных и сточных водах титриметрическим методом.

Диапазон измерения содержания свободной и общей щелочности 0,005 – 10 мг-экв/дм^3.

При титровании определению мешает интенсивная окраска пробы, мутность, свободный хлор, высокое содержание CO_2.

Устранение мешающих влияний осуществляется в соответствии с п. 10.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

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

Диапазон измерений щелочности, мг-экв/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
От 0,005 до 0.1 вкл.	9	12	28
Св. 0,1 до 1 вкл.	7	11	24
Св. 1 до 10 вкл.	5	9	19

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.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
СО с аттестованным содержанием гидрокарбонатов с погрешностью не более 1 % при Р = 0,95	
Термометр с ценой деления 0,2°С	ГОСТ 29224-91
Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227-91
Бюретки с ценой деления 0,1 $см^3$	ГОСТ 29251-91
Цилиндры мерные или мензурки	ГОСТ 1770-74

3.2 Вспомогательные устройства

Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919-83
Шкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ	
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336-82
Капельница 2-50 ХС	ГОСТ 25336-82
Стаканы химические	ГОСТ 25336-82
Воронка стеклянная диаметром (13 - 15) см	ГОСТ 25336-82
Воронка фильтрующая с пористой пластинкой	ГОСТ 25336-82
Эксикатор	ГОСТ 25336-82
Трубки хлоркальциевые ТХ-П-1-17(25)	ГОСТ 25336-82
Устройство для продувания воздуха (или микрокомпрессор МК).	
Фильтры обеззоленные	ТУ 6-09-1678-86

Примечание. Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы и материалы

Соляная кислота, раствор 0,1 моль/дм^3,	ТУ 6-09-2540
Соляная кислота, стандарт-титр	
Кислота соляная	ГОСТ 3118-77
Натрий углекислый (карбонат)	ГОСТ 83-79
Натрия тиосульфат (натрий серноватистокислый), пентагидрат	ГОСТ 27068-86
Метиленовый красный водорастворимый,	ТУ 6-094070
Бромкрезоловый зеленый	
Метиловый оранжевый	
Фенолфталеин	
Активированный уголь АГ-3	ГОСТ 20464-75
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ 18300-87
Воздух	ГОСТ 17433-80
Вата медицинская	ГОСТ 5556-81
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72

Все реактивы должны иметь квалификацию “хч” или “чда”.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Определение щелочности основано на титровании пробы раствором сильной кислоты.

Под щелочностью понимают способность некоторых компонентов, содержащихся в воде, связывать эквивалентное количество сильной кислоты. Щелочность создают все катионы, которые в воде были уравновешены гидроксильными ионами, анионами слабых кислот (карбонаты, бикарбонаты и т.п.). Щелочность определяется количеством сильной кислоты, необходимой для замещения этих анионов. Расход кислоты пропорционален их общему содержанию в воде и выражает общую щелочность воды (М). В обычных природных водах щелочность зависит, как правило, только от гидрокарбанатов щелочных металлов. В этом случае значение pH < 8,3. Общая щелочность практически тождественна карбонатной жесткости и соответствует содержанию бикарбонатов.

Наличие растворимых карбонатов и гидроокисей повышает значение pH>8,3. Та часть общей щелочности, которая соответствует количеству кислоты, необходимой для понижения pH до 8,3, называется свободной щелочностью (P). Количество титрованного раствора, израсходованного для достижения pH=8,3, эквивалентно свободной щелочности; количество необходимое для достижения pH=4,5 эквивалентно общей щелочности. Если pH воды меньше 4,5, то ее щелочность равна нулю.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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 обеспечивается по ГОСТ 12.1.019-79.

5.3 Организация обучения работающих безопасности труда проводится 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.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалист, имеющий высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории и владеющий техникой титриметрического метода анализа.

7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5)°C;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°C;
- частота переменного тока (50±1) Гц;
- напряжение в сети (220±22) В.

8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1 Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

8.2 Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты 1:1, а затем дистиллированной водой.

8.3 Пробы воды отбирают в стеклянные бутыли. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 300 $см^3$.

8.4 Щелочность, особенно свободную, следует определять сразу после отбора пробы. Если это невозможно, отбирают полную бутыль и определяют щелочность не позднее, чем через 24 ч.

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

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

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Приготовление растворов и реактивов

9.1.1 Дистиллированная вода, свободная от CO_2

Дистиллированную воду кипятят 15 мин и охлаждают до комнатной температуры в колбе, закрытой пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка с натронной известью.

9.1.2 Приготовление раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 н

При приготовлении из стандарт-титра раствор готовят согласно инструкции.

При отсутствии стандарт-титра раствор готовят из концентрированной соляной кислоты. Пипеткой вместимостью 10 $см^3$ помещают 8,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 $г/см^3$ в мерную

колбу вместимостью 1 $дм^3$ с предварительно налитой дистиллированной водой в объеме (200 - 300) $см^3$ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения 6 месяцев в стеклянной посуде в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

Коэффициент поправки к концентрации соляной кислоты устанавливают по ГОСТ 25794.1-83 по раствору натрия углекислого с концентрацией 0,1 н и проверяют 1 раз в месяц (п.9.2).

9.1.3 Приготовление раствора натрия углекислого с концентрацией 0,0500 н

Предварительно карбонат натрия прокаливают при температуре 270-300°С до постоянной массы в день установки титра. Охлаждают в эксикаторе. Затем берут навеску 5,3000 г и переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в небольшом количестве свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды и доводят до метки такой же водой.

Для предотвращения поглощения CO_2 из воздуха раствор хранят в герметично закрытой склянке. Раствор хранят не более 3 месяцев.

9.1.4 Приготовление спиртового раствора смешанного индикатора (метиловый красный +бромкрезоловый зеленый)

1. Растворяют 0,015 г метилового красного в 50 $см^3$ 96% этилового спирта

2. Растворяют 0,200 г бромкрезолового зеленого в 100 $см^3$ 96% этилового спирта.

Оба раствора смешивают.

Смешанный индикатор хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

9.1.5 Приготовление 0,05% раствора метилового оранжевого

Растворяют 0,05 г натриевой соли метилового оранжевого в 100 $см^3$ горячей дистиллированной воды. Охлаждают и фильтруют через бумажный фильтр.

Хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

9.1.6 Приготовление 0,5 % раствора фенолфталеина

Растворяют 0,5 г фенолфталеина в 50 $см^3$ 96% этилового спирта и добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды.

Хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

9.2 Определение поправочного коэффициента для раствора соляной кислоты

Отбирают 20 $см^3$ раствора карбоната натрия, разбавляют до 100 $см^3$ свободной от CO_2 дистиллированной водой и титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 н, строго соблюдая те же условия, что и при определении общей щелочности (п.11.2). Особенно следует соблюдать рекомендованные условия продувания воздухом. Титрование повторяют дважды и, если расхождение в объемах раствора соляной кислоты не превышает 0,02 $см^3$, за результат титрования принимают среднее арифметическое.

Коэффициент поправки для раствора соляной кислоты находят по формуле:

$$K = \frac{V_б}{V_к} \qquad (1)$$

где К –коэффициент поправки раствора соляной кислоты;

$V_б$ – объем раствора карбоната натрия, взятый для титрования, $см^3$;

$V_к$ – объём раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, $см^3$.

10 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Окраску пробы устраняют прибавлением активированного угля и фильтрованием пробы перед анализом.

Влияние мутности устраняют фильтрованием пробы через бумажные или стеклянные фильтры.

Свободный хлор удаляют добавлением к пробе эквивалентного количества 0,1 н раствора тиосульфата натрия.

Высокие концентрации CO_2 мешают правильному определению перехода окраски при титровании, поэтому для более точного определения щелочности предварительно вытесняют CO_2, продувая воздух через воду.

Дистиллированную воду для приготовления растворов готовят по *п.9.1.1*.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Если при предварительном определении было установлено, что вода имеет свободную щелочность (pH=8,3, реакция по фенолфталеину), то наряду с общей щелочностью определяют также и свободную щелочность.

11.1 Определение свободной щелочности (Р)

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ вносят 100 $см^3$ анализируемой воды. Воду с высокой щелочностью берут в меньшем количестве и доводят объем приблизительно до 100 $см^3$ прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой. Добавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки на белом фоне раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 н до полного обесцвечивания.

11.2 Определение общей щелочности (М)

Отмеряет 100 $см^3$ пробы или используют раствор после определения свободной щелочи, прибавляют три капли смешанного индикатора или две капли метилового оранжевого. Затем продувают воздух и одновременно *титруют на белом фоне 0,1 н раствором соляной кислоты до момента*, когда зеленая окраска смешанного индикатора перейдет в грязно-серую, или до начала перехода окраски метилового оранжевого из желтой в оранжевую. Воздух продолжают продувать и спустя 5 мин, в случае необходимости дотитровывают.

Титруют из бюретки с ценой деления 0,1 $см^3$. При анализе природных вод, имеющих низкую общую щелочность, титруют из микробюретки и отсчитывают с точность до 0,005 $см^3$.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Расчет свободной (Р) и общей (М) щелочности, мг-экв/$дм^3$, проводят по формулам

$$P = \frac{V_1 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_{пр}} \qquad (2)$$

$$M = \frac{V_2 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_{пр}} \qquad (3)$$

где V_1 - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование по фенолфталеину, см^3;

V_2 - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование по смешанному индикатору, см^3;

N концентрация раствора соляной кислоты, 0,1 н;

K - коэффициент поправки к концентрации раствора соляной кислоты;

$V_{пр}$ - объем пробы, взятый для анализа, см^3.

12.2 За результат измерений $P_{ср}$ (свободной щелочности) и $M_{ср}$ (общей щелочности) принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений P_1 и P_2 ; M_1 и M_2

$$P_{ср} = \frac{P_1 + P_2}{2}, \qquad (4)$$

$$M_{ср} = \frac{M_1 + M_2}{2}, \qquad (5)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|P_1 - P_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot P_{ср}, \qquad (6)$$

$$|M_1 - M_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot M_{ср} \qquad (7)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг-экв/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
От 0,005 до 0.1 вкл.	25
Св. 0,1 до 1 вкл.	20
Св. 1 до 10 вкл.	14

При невыполнении условия (и/или 6,7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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 раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

Диапазон измерений, мг-экв/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0,005 до 0,1 вкл.	34
Св. 0,1 до 1 вкл.	31
Св. 1 до 10 вкл.	25

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$P_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

$M_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot P_{ср}$.

$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot M_{ср}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$P_{ср}$ $(M_{ср}) \pm \Delta_л$, P=0,95,

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $P_{ср}$ $(M_{ср})$- результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики;

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

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

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

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

- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

14 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).

14.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением 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:

$$K_к = | X'_{ср} - X_{ср} - C_д |, \qquad (8)$$

где $X'_{ср}$ - результат анализа щелочности в пробе с известной добавкой (гидрокарбонат-ион) – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

$X_{ср}$ - результат анализа щелочности в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2.

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (9)$$

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации гидрокарбонатов 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:

$$K_к \le K \qquad (10)$$

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

14.2 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:

$$K_к = | X_{ср} - X |, \qquad (11)$$

где $X_{ср}$ - результат анализа щелочности в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

X - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле: $K = \Delta_л$,

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:

$$K_к \leq K \qquad (12)$$

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12) 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.

1213

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.01.21/2007

Методика выполнения измерений свободной и общей щелочности в природных и сточных водах титриметрическим методом,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»,

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 С.В. Медведевских

Зав.лабораторией И.Терентьев

Дата выдачи: 12.04.2007 г.

Срок действия: 12.04.2012 г.

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

Приложение к свидетельству № 223.1.01.01.21/2007
об аттестации методики выполнения измерений
свободной и общей щелочности в природных и сточных водах
титриметрическим методом

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

Диапазон измерений, мг-экв/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), ± δ,%
От 0.005 до 0.1 вкл.	9	12	28
Св. 0.1 до 1 вкл.	7	11	24
Св. 1 до 10 вкл.	5	9	19

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг-экв/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 0.005 до 0.1 вкл.	25	34
Св. 0.1 до 1 вкл.	20	31
Св. 1 до 10 вкл.	14	25

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.

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

gost.e-ecolog.ru