ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (РОСГИДРОМЕТ)

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

РД 52.24.360-2008

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ФТОРИДОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИОНСЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Ростов-на-Дону
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ГУ «Гидрохимический институт»

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук, Н.С. Тамбиева

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА и НПО «Тайфун» Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 1 февраля 2008 г.

5 АТТЕСТОВАН ГУ «Гидрохимический институт» свидетельство об аттестации № 6.24-2007 от 16.05.2007 г.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.24.360-2008 от 28.03.2008 г.

7 ВЗАМЕН РД 52.24.360-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации фторидов в водах потенциометрическим методом с ионселективным электродом»

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Приписанные характеристики погрешности измерения 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы, растворы 3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства 3
4.2 Реактивы и материалы 4
5 Метод измерения 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
7 Требования к квалификации операторов 6
8 Условия выполнения измерений 6
9 Отбор и хранение проб 6
10 Подготовка к выполнению измерений 6
10.1 Приготовление растворов и реактивов 6
10.2 Приготовление градуировочных растворов 7
10.3 Подготовка иономера, измерительного и вспомогательного электродов к работе 9
10.4 Установление градуировочной зависимости 9
10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики 10
11 Выполнение измерений 10
11.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающих влияний 10
12 Вычисление и оформление результатов измерений 11
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 12
13.1 Общие положения 12
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости 13
13.3 Алгоритм оперативного контроля погрешности измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб 14
13.4 Алгоритм оперативного контроля погрешности измерений с использованием метода добавок 15
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости 16
Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов фторидов 17
Приложение Б (справочное) Перевод значений pF в диапазоне от 4,00 до 5,00 в массовую концентрацию фторидов 22

Введение

Фтор в природе чаще всего встречается в виде плавикового шпата CaF_2, селлаита MgF_2, криолита $AlF_3 \cdot 3NaF$. Значительные количества его содержатся в фосфорных минералах – фосфорите, апатите.

Основными естественными источниками поступления фтора в водные объекты являются выщелачивание фторсодержащих минералов, а также вулканические выбросы. Антропогенное загрязнение водных объектов фтором обусловлено их выносом со сточными водами ряда промышленных (химического, металлургического, стекольного, керамического и др.) и сельскохозяйственных производств. Источником поступления фтора в природные воды являются также атмосферные осадки, куда он попадает при горении топлива, в виде промышленных выбросов, с почвенной пылью.

В водах фтор может присутствовать как в виде свободных фторид-ионов, так и в виде комплексных ионов $[FeF_4]^-$, $[FeF_5]^{2-}$, $[FeF_6]^{3-}$, $[AlF_6]^{3-}$ и др.

Фторид-ион относится к устойчивым компонентам природных вод. На его миграционную способность заметно влияют только ионы кальция, образующие с ионами фтора малорастворимое соединение. Большое значение имеет режим углекислоты, которая растворяет карбонат кальция. Щелочной характер вод способствует подвижности фторид-ионов. Выщелачиванию фторидов из пород способствуют сульфаты, поэтому для вод с высокой концетрацией сульфатов характерны более высокие концентрации фторидов. Обычно концентрация их в поверхностных водах суши ниже 1 мг/дм^3, а в подземных водах может достигать 10 мг/дм^3. Внутригодовые колебания концентрации фторидов в природных водах обычно невелики. При отсутствии источников существенного загрязнения фториды в основном поступают в реки с грунтовыми водами. В паводковый период доля питания за счет грунтовых вод уменьшается, поэтому в паводковый период концентрация фторидов всегда ниже, чем в меженный.

Фториды имеют существенное значение для нормального течения физиологических процессов в организме человека и животных; как недостаток, так и избыток фтора в воде оказывают негативное воздействие на многие системы организма, прежде всего костную.

Содержание фторидов в природных водах нормируется. ПДК для водных объектов рыбохозяйственного назначения составляет 0,75 мг/дм^3, для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения от 0,75 до 1,5 мг/дм^3 в зависимости от региона.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ФТОРИДОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИОНСЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Дата введения 2008-05-20

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации фторидов в природных и очищенных сточных водах в диапазоне от 0,19 до 190 мг/дм^3 потенциометрическим методом с ионселективным электродом.

При анализе проб воды с массовой концентрацией фторидов, превышающей 190 мг/дм^3, допускается выполнение измерений после разбавления пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы массовая концентрация фторидов в разбавленной пробе находилась в пределах указанного выше диапазона измеряемых концентраций.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

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

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

Примечание - Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации фторидов X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,19 до 19,0 включ.	0,01+0,05·X	0,01+0,10·X	0,052·X	0,02+0,20·X
Св. 19,0 до 190,0 включ.	0,2+0,041·X	0,4+0,082·X	0,2+0,044·X	0,7+0,17·X

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией фторидов свыше 190 мг/дм^3 после соответствующего разбавления по-

грешность измерения массовой концентрации фторидов в исходной пробе находят по формуле

$$\pm\Delta=(\pm\Delta_1)\cdot\eta; \quad (1)$$

где $\pm\Delta_1$ - показатель точности измерения массовой концентрации фторидов в разбавленной пробе, рассчитанный по уравнению таблицы 1;

η - степень разбавления.

Предел обнаружения фторидов потенциометрическим методом равен 0,1 мг/дм^3.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы, растворы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Иономер любого типа или pH-метр, работающий в режиме милливольтметра, снабжённый магнитной мешалкой (например, И-500, ТУ 4215-002-18294344-02; «Экотест-2000», ТУ 4215-005-41541647-99 и др.).

4.1.2 Электрод измерительный ЭЛИС-131F, ТУ 4214-015-35918409-2002, или другого типа с аналогичными характеристиками.

4.1.3 Электрод вспомогательный - хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М3, ТУ 25.05.2181-77, или другого типа с аналогичными характеристиками.

4.1.4 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.5 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ 24104-2001, с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4.1.6 Государственный стандартный образец состава раствора фторид-ионов, ГСО 7261-96 (далее – ГСО).

4.1.7 Термометр по ГОСТ 29224-91 с диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С и ценой деления не более 1 °С.

4.1.8 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 $см^3$ - 7 шт., 200 $см^3$ - 21шт., 1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.9 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 2, ГОСТ 29227-91, вместимостью 2 $см^3$ - 2 шт., 25 $см^3$ - 5 шт.

4.1.10 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91, вместимостью 5 $см^3$ - 1 шт., 10 $см^3$ - 4 шт., 20 $см^3$ - 1 шт.

4.1.11 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 $см^3$ - 3 шт., 250 $см^3$ - 1 шт.

4.1.12 Стаканы В-1, ТХС, по ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 $см^3$ - 30 шт., 100 $см^3$ - 1 шт., 1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.13 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-24/10, СВ-34/12 по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.14 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336-82, диаметром 56 мм - 1 шт., 75 мм - 1 шт.

4.1.15 Чашка выпарительная № 2 по ГОСТ 9147-80.

4.1.16 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 140 мм или 190 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.17 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 0,1; 0,25; 1 $дм^3$.

4.1.18 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.19 Электроплитка с закрытой спиралью, ГОСТ 14919-83.

Примечание - Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 Натрий фтористый (натрия фторид) по ГОСТ 4463-76, ч.д.а.99%

4.2.2 Натрий хлористый (натрия хлорид) по ГОСТ 4233-77, х.ч.

4.2.3 Натрий уксуснокислый 3-водный (натрия ацетат гидрат) по ГОСТ 199-78, х.ч.

4.2.4 Натрий лимоннокислый 5,5-водный (натрия цитрат гидрат), ГОСТ 22280-76, ч.д.а.

4.2.5 Калий хлористый (калия хлорид) по ГОСТ 4234-77, х.ч.

4.2.6 Кислота уксусная по ГОСТ 61-75, х.ч.

4.2.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.8 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», ТУ 6-09-1678-86.

4.2.9 Фильтровальная бумага по ГОСТ 7584-89.

Примечание - Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерения

Выполнение измерений основано на изменении потенциала ионселективного электрода в зависимости от активности фторид-ионов в растворе. Измерения проводят в присутствии буферного раствора – индифферентного электролита, поддерживающего в анализируемом растворе определенное значение pH и ионной силы, что позволяет градуировать прибор в единицах концентрации, а не активности фторид-ионов. Концентрацию фторидов в пробе находят, исходя из градуировочной зависимости величины электродного потенциала от значения обратного логарифма активности (концентрации) фторид-ионов (pF). Потенциал ионселективного электрода зависит только от концентрации свободных фторид-ионов. Фториды, присутствующие во взвешенных веществах, либо связанные в прочные комплексы не влияют на величину потенциала электрода.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации фторидов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 3 классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Особых требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее года и освоившие методику анализа.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб для определения фторидов производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы помещают в полиэтиленовую или полипропиленовую посуду. В герметично закрытой посуде пробы допускается хранить до месяца. Объем отбираемой пробы не менее 50 $см^3$.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Буферный раствор (pH 5,4-5,5)

В стакан вместимостью 1000 $см^3$ помещают 58,5 г хлорида натрия, 0,36 г цитрата натрия ($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5,5H_2O$) и 102 г ацетата натрия ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) , растворяют в дистиллированной воде и добавляют 14,4 $см^3$ ледяной уксусной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, дважды ополаскивая стакан дистиллированной водой. Раствор доводят дистиллиро-

ванной водой до метки на колбе и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой посуде не более 1 мес.

10.1.2 Насыщенный раствор хлорида калия

В 140 $см^3$ дистиллированной воды при температуре 50-60 °С растворяют 60 г хлорида калия. После охлаждения используют раствор над осадком для заполнения вспомогательного электрода.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с массовой концентрацией фторидов 1,00 $мг/см^3$ (молярной концентрацией $5{,}26 \cdot 10^{-2}$ $моль/дм^3$) или аттестованного раствора с массовой концентрацией фторидов 1,900 $г/дм^3$ (молярной концентрацией $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ $моль/дм^3$). Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.2.2. Для приготовления градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ $моль/дм^3$ из ГСО отбирают 19,0 $см^3$ раствора ГСО с помощью чистой сухой градуированной пипетки вместимостью 25 $см^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Для приготовления градуировочного раствора № 1 из аттестованного раствора отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 $см^3$ аттестованного раствора с молярной концентрацией $1{,}00 \cdot 10^{-1}$ $моль/дм^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Полученному раствору приписывают величину pF равную 2,00.

10.2.3 Для приготовления градуировочного раствора № 2 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ $моль/дм^3$ отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 $см^3$ градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ $моль/дм^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pF равную 3,00.

10.2.4 Для приготовления градуировочного раствора № 3 с молярной концентрацией фторидов $2{,}00 \cdot 10^{-4}$ $моль/дм^3$ отбирают 2,0 $см^3$ градуировочного раствора № 1 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-2}$ $моль/дм^3$ с помощью градуированной пипетки вместимостью 2 $см^3$, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят

дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pF равную 3,70.

10.2.5 Для приготовления градуировочного раствора № 4 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм^3 отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 см^3 градуировочного раствора № 2 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм^3, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pF равную 4,00.

10.2.6 Для приготовления градуировочного раствора № 5 с молярной концентрацией фторидов $5{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм^3 отбирают пипеткой с одной отметкой 5,0 см^3 градуировочного раствора № 2 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм^3, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pF равную 4,30.

10.2.7 Для приготовления градуировочного раствора № 6 с молярной концентрацией фторидов $2{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм^3 отбирают 2,0 см^3 градуировочного раствора № 2 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-3}$ моль/дм^3 с помощью градуированной пипетки вместимостью 2 см^3, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pF равную 4,70.

10.2.8 Для приготовления градуировочного раствора № 7 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/дм^3 отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 см^3 градуировочного раствора № 4 с молярной концентрацией фторидов $1{,}00 \cdot 10^{-4}$ моль/дм^3, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученному раствору приписывают величину pF равную 5,00.

10.2.9 Градуировочные растворы фторидов хранят в полиэтиленовой или полипропиленовой посуде с плотно закрывающейся пробкой. Градуировочный раствор №1 хранят не более 3 мес., растворы № 2, 3 - не более 1 мес., растворы № 4,5 – не более 2 недель, растворы № 6,7 – не более 5 дней.

10.3 Подготовка иономера, измерительного и вспомогательного электродов к работе

Подготовку прибора, измерительного и вспомогательного электродов к работе осуществляют в соответствии с руководством по их эксплуатации или паспортом.

10.4 Установление градуировочной зависимости

10.4.1 В чистые сухие стаканы вместимостью 50 $см^3$ помещают по 15 $см^3$ каждого из градуировочных растворов № 1- 7 и приливают к ним по 15 $см^3$ буферного раствора, используя градуированные пипетки или мерные цилиндры вместимостью 25 $см^3$. Стаканы устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор перемешивающий элемент, измерительный электрод и вспомогательный электрод. Включают мешалку и проводят измерение потенциала в градуировочных растворах от меньшей концентрации фторидов ($1{,}00 \cdot 10^{-5}$ моль/$дм^3$) к большей ($1{,}00 \cdot 10^{-2}$ моль/$дм^3$). Глубина погружения электродов и скорость перемешивания должны быть одинаковыми при всех измерениях. Показания иономера записывают после установления постоянного значения потенциала. Время его установления зависит от концентрации фторидов в градуировочных растворах и составляет от нескольких секунд до минут. Одновременно измеряют и записывают температуру градуировочных растворов. Разница в температуре для разных градуировочных растворов не должна составлять более 1 °С.

Для каждого градуировочного раствора проводят по три параллельных измерения потенциала и за результат принимают среднее арифметическое. Градуировочную зависимость рассчитывают методом наименьших квадратов в координатах: значения pF градуировочных растворов ($pF = -\lg[F^-]$) - соответствующие им значения потенциала в милливольтах.

Градуировочную зависимость устанавливают каждый раз при выполнении измерений массовой концентрации фторидов в пробах воды.

Если в анализируемых пробах массовая концентрация фторидов не превышает 10 мг/$дм^3$, градуировочную зависимость допускается устанавливать, используя градуировочные растворы № 2-7.

10.4.2 Если руководством по эксплуатации иономера предусмотрен иной способ установления градуировочной зависимости (градуи-

ровки), то допускается устанавливать её в соответствии с руководством к данному иономеру. В том случае, когда градуировочную зависимость для конкретного прибора устанавливают по меньшему числу градуировочных растворов, чем предусмотрено в 10.4.1, после ее установления следует выполнить контроль стабильности градуировочной характеристики в соответствии с 10.5.

10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Средствами контроля являются градуировочные растворы № 1-7 по 10.2 (не менее 3-х). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении условия

$$\left| X - C_m \right| \le \sigma_R , \qquad (2)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации фторидов в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C_m – приписанное значение массовой концентрации фторидов в градуировочном растворе, мг/дм^3;

σ_R – показатель воспроизводимости для концентрации C_m, мг/дм^3 (таблица 1).

Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого раствора для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерения. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость, либо проводят измерения в режиме милливольтметра и устанавливают градуировочную зависимость согласно 10.4.1.

11 Выполнение измерений

11.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающих влияний

В три стакана вместимостью 50 см^3 градуированными пипетками или цилиндрами вместимостью 25 см^3 вносят по 15 см^3 анализируемой пробы и по 15 см^3 буферного раствора, перемешивают и выдерживают 15 мин. Стаканы устанавливают на магнитную мешалку, погружают в анализируемую пробу перемешивающий элемент, измерительный и вспомогательный электроды. Включают мешалку и

проводят измерение потенциала измерительного электрода. Показания иономера записывают после установления постоянного значения потенциала. По окончании измерения электроды отмывают дистиллированной водой. Отмывание электродов происходит достаточно быстро при её трехкратной замене. Остатки воды с поверхности электрода удаляют фильтровальной бумагой. Проводят три параллельных измерения потенциала в анализируемой пробе воды.

Температура анализируемых проб не должна отличаться от температуры градуировочных растворов более, чем на ±1 °С.

1.2 Мешающие влияния веществ и их устранение

11.2.1 Выполнению измерений массовой концентрации фторидов с ионселективным электродом могут мешать вещества, образующие пленку на рабочей поверхности электрода. В таких случаях для выполнения измерений целесообразно использовать другую методику. Очень мутные пробы следует фильтровать через фильтр «белая лента». Первую порцию фильтрата отбрасывают.

11.2.2 Фториды образуют довольно прочные комплексы с рядом металлов. Наибольшее влияние при анализе природных и очищенных сточных вод оказывают высокие концентрации железа и алюминия. Добавление буферного раствора, содержащего о своем составе цитрат натрия, в значительной степени уменьшает их влияние за счет разрушения комплексов.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Значения pF в анализируемых пробах воды находят по градуировочной зависимости. Массовую концентрацию фторидов X, мг/дм^3, рассчитывают по следующим соотношениям:

$$pF = -\lg [F^-]; \quad [F^-] = 10^{-pF} \text{ моль/дм}^3; \quad X = 10^{-pF} \cdot 19{,}00 \cdot 10^3 \text{ мг/дм}^3 \quad (3)$$

или находят по таблице, приведенной в приложении Б для значений pF в диапазоне от 4,00 до 5,00. Концентрацию фторидов в мг/дм^3 для значений pF от 3,0 до 4,0 и от 2,0 до 3,0 получают, увеличивая табличные значения в диапазоне от 4,00 до 5,00, имеющие одинаковые значения дробной части, в 10 и в 100 раз, соответственно. Например, pF, равный 4,40, соответствует 0,756 мг/дм^3 фторидов, pF, равный 3,40 соответствует 7,56 мг/дм^3, pF, равный 2,40 соответствует 75,6 мг/дм^3.

При использовании для выполнения измерений иономера, имеющего программу обработки данных, значение массовой концентрации фторидов считывают непосредственно с дисплея.

12.2 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \ (P = 0{,}95), \qquad (4)$$

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение трех результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости $r_п$ ($3{,}31 \cdot \sigma_r$). При превышении предела повторяемости следует поступать в соответствии с 13.2.

$\pm\Delta$ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации фторидов (таблица 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности, которые не должны содержать более двух значащих цифр.

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta_л \ P=0{,}95, \text{ при условии } \ \Delta_л < \Delta, \qquad (5)$$

где $\pm\Delta_л$ – границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

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

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, погрешности).

13.1.2 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на три части, и выполняют измерения в соответствии с разделом 11.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мг/дм^3 рассчитывают по формуле

$$r_к = \left| X_{макс} - X_{мин} \right|, \qquad (6)$$

где $X_{макс}$, $X_{мин}$ – максимальный и минимальный результаты измерений массовой концентрации фторидов в пробе, мг/дм^3.

13.2.3 Предел повторяемости $r_п$, мг/дм^3 рассчитывают по формуле

$$r_п = 3{,}31 \cdot \sigma_r \qquad (7)$$

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \le r_п . \qquad (8)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (8) выполняют еще три измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля равным $4{,}03 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.3 Алгоритм оперативного контроля погрешности измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления проб

13.3.1 Оперативный контроль погрешности измерений с использованием метода добавок совместно с методом разбавления пробы проводят, если массовая концентрация фторидов в рабочей пробе составляет 0,5 мг/дм^3 и более. В противном случае оперативный контроль проводят с использованием метода добавок согласно 13.4. Для введения добавок используют ГСО или аттестованный раствор фторидов (приложение А).

13.3.2 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_{к_1}$ с нормативом контроля $К_1$.

13.3.3 Результат контрольной процедуры $К_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_{к_1} = \overline{X}'' + (\eta - 1)\cdot\overline{X}' - \overline{X} - C, \qquad (9)$$

где $\overline{X}''$ - среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации фторидов в пробе, разбавленной в η раз, с известной добавкой, мг/дм^3;

$\overline{X}'$ - среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации фторидов в пробе, разбавленной в η раз, мг/дм^3;

$\overline{X}$ - среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации фторидов в рабочей пробе, мг/дм^3;

C - концентрация добавки, мг/дм^3.

13.3.4 Норматив контроля $К_1$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_1 = \sqrt{\Delta_{л_{X''}}^2 + (\eta - 1)^2 \Delta_{л_{X'}}^2 + \Delta_{л_X}^2}, \qquad (10)$$

где $\Delta_{л_{X''}}$, $\Delta_{л_{X'}}$ и $\Delta_{л_X}$ – значения характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие

массовой концентрации фторидов в разбавленной пробе, разбавленной пробе с добавкой, рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_{л_{X''}} = 0{,}84 \cdot \Delta_{X''}$, $\Delta_{л_{X'}} = 0{,}84 \cdot \Delta_{X'}$ и $\Delta_{л_X} = 0{,}84 \cdot \Delta_X$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

13.3.5 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$| K_{к_1} | \leq K_1 , \qquad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.4 Алгоритм оперативного контроля погрешности измерений с использованием метода добавок

13.4.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

13.4.2 Результат контрольной процедуры $К_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K_{к_2} = | \overline{X}'' - \overline{X} - C | \qquad (12)$$

где $\overline{X}''$ – среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации фторидов в пробе с известной добавкой, мг/дм^3.

13.4.3 Норматив контроля погрешности К, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K_2 = \sqrt{\Delta^2_{л_{X''}} + \Delta^2_{л_X}} , \qquad (13)$$

где $\Delta_{л\,х}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и соответствующие массовой концентрации фторидов в пробе с известной добавкой, мг/дм^3.

13.4.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$| K_{к_2} | \leq K_2, \qquad (14)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77 \cdot \sigma_R. \qquad (15)$$

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725 - 6 или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов фторидов АР1-F и АР2-F

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов фторидов, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации фторидов в природных и очищенных сточных водах с ионселективным электродом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора	
	АР1-F	АР2-F
Аттестованное значение молярной концентрации фторидов, моль/дм^3	1,000	0,1000
Границы погрешности установления аттестованного значения молярной концентрации фторидов (Р=0,95), моль/дм^3	0,010	0,0011
Аттестованное значение массовой концентрации фторидов, г/дм^3	19,00	1,900
Границы погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации фторидов (Р=0,95), г/дм^3	0,19	0,020

А. 3 Средства измерений, вспомогательные устройства

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, вместимостью 200 $см^3$ – 2 шт.

А.3.3 Пипетка с одной отметкой по ГОСТ 29169-91, вместимостью 20 $см^3$.

А.3.4 Стаканчик для взвешивания (бюкс), СВ-34/12 по ГОСТ 25336-82.

А.3.5 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82, диаметром 75 мм.

А.3.5 Чашка выпарительная № 2 по ГОСТ 9147-80.

А.3.6 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336-82.

А.3.7 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А. 4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Натрий фтористый (фторид натрия) по ГОСТ 4463-76, ч.д.а. Основное вещество NaF, массовая доля которого не менее 99 %, молекулярная масса 41,99.

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А. 5 Процедура приготовления аттестованных растворов

А.5.1 Приготовление аттестованного раствора фторидов АР1-F

На весах высокого класса точности взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 8,398 г фторида натрия, предварительно высушенного при температуре 110 °С в течение 2 ч. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят раствор до метки на колбе и перемешивают.

Полученному раствору приписывают молярную концентрацию фторидов 1,000 моль/$дм^3$, массовую концентрацию 19,00 г/$дм^3$.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора фторидов АР2-F

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 вносят 20,0 см^3 раствора АР1- F пипеткой с одной отметкой. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают.

Полученному раствору приписывают молярную концентрацию фторидов 0,1000 моль/дм^3, массовую концентрацию 1,900 г/дм^3.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР1- F

Аттестованное значение молярной, M_1, моль/дм^3, и массовой концентрации фторидов, C_1, г/дм^3,рассчитывают по формулам

$$M_1 = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot 41{,}99}, \qquad C_1 = \frac{m \cdot 19{,}00 \cdot 1000}{V \cdot 41{,}99}, \tag{А.1}$$

где m – масса навески фторида натрия, г;

V – вместимость мерной колбы, см^3;

19,00 и 41,99 – масса моля фторид-иона и фторида натрия, соответственно, г/моль.

Расчет предела возможных значений погрешности установления молярной Δ_{1M}, моль/дм^3, и массовой Δ_1, г/дм^3, концентрации фторидов в растворе АР1- F проводится по формулам:

$$\Delta_{1M} = M_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \quad \Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \tag{А.2}$$

где Δ_μ – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ – массовая доля основного вещества в реактиве, приписанная реактиву квалификации ч.д.а., %;

Δ_m – предельная возможная погрешность взвешивания, г;

Δ_V – предельное значение возможного отклонения объема мерной колбы от номинального значения, см^3.

Погрешности установления молярной и массовой концентрации фторидов в растворе АР1- F равны

$$\Delta_{1M} = 1{,}000 \cdot \sqrt{(\frac{1{,}0}{100})^2 + (\frac{0{,}0006}{8{,}398})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}0101 \text{ моль/дм}^3,$$

$$\Delta_1 = 19{,}00 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}2}{100})^2 + (\frac{0{,}0006}{8{,}398})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}192 \text{ г/дм}^3.$$

А.6.2 Расчет метрологических характеристик аттестованного раствора АР2- F

Аттестованное значение молярной M_2, моль/дм^3, и массовой концентрации фторидов C_2, г/дм^3, рассчитывают по формулам

$$M_2 = \frac{M_1 \cdot V_1}{V}, \quad C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V}, \tag{А.3}$$

где V_1 – объем раствора АР1- F, отбираемый пипеткой, см^3.

Расчет предела возможных значений погрешности установления молярной Δ_{2M}, моль/дм^3, и массовой Δ_2, г/дм^3, концентрации фторидов в растворе АР2- F проводится по формулам

$$\Delta_{2M} = M_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_{1M}}{M_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2},$$

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2} \tag{А.4}$$

где Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см^3.

Погрешности установления молярной и массовой концентрации фторидов в растворе АР2- F равны

$$\Delta_{2M} = 0{,}1000 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0101}{1{,}000})^2 + (\frac{0{,}06}{20})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}00106 \text{ моль/дм}^3,$$

$$\Delta_2 = 1{,}900 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0106}{0{,}100})^2 + (\frac{0{,}06}{20})^2 + (\frac{0{,}3}{200})^2} = 0{,}00202 \text{ г/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации исполнителей

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 месяцев.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованного раствора, величины молярной и массовой концентрации фторидов в растворе, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованные растворы хранят в плотно закрытой полиэтиленовой или полипропиленовой посуде, мес., не более:

АР1- F – не более 6 мес.;

АР2- F – не более 3 мес.

Приложение Б
(справочное)

Перевод значений pF в диапазоне от 4,00 до 5,00 в массовую концентрацию фторидов

pF	X, мг/дм^3	pF	X, мг/дм^3	pF	X, мг/дм^3	pF	X, мг/дм^3
4,00	1,900	4,27	1,020	4,54	0,548	4,81	0,294
4,01	1,856	4,28	0,997	4,55	0,535	4,82	0,288
4,02	1,814	4,29	0,974	4,56	0,523	4,83	0,281
4,03	1,773	4,30	0,952	4,57	0,511	4,84	0,275
4,04	1,733	4,31	0,931	4,58	0,500	4.85	0,268
4,05	1,693	4,32	0,909	4,59	0,488	4,86	0,262
4,06	1,655	4,33	0,889	4,60	0,477	4,87	0,256
4,07	1,617	4,34	0,868	4,61	0,466	4,88	0,250
4,08	1,580	4,35	0,849	4,62	0,456	4,89	0,245
4,09	1,544	4,36	0,829	4,63	0,445	4,90	0,239
4,10	1,509	4,37	0,810	4,64	0,435	4,91	0,234
4,11	1,475	4,38	0,792	4,65	0,425	4,92	0,228
4,12	1,441	4,39	0,774	4,66	0,416	4,93	0,223
4,13	1,408	4,40	0,756	4,67	0,406	4,94	0,218
4,14	1,376	4,41	0,739	4,68	0,397	4,95	0,213
4,15	1,345	4,42	0,722	4,69	0,388	4,96	0,208
4,16	1,314	4,43	0,706	4,70	0,379	4,97	0,204
4,17	1,284	4,44	0,690	4,71	0,370	4,98	0,199
4,18	1,255	4,45	0,674	4,72	0,362	4,99	0,194
4,19	1,227	4,46	0,659	4,73	0,354	5,00	0,190
4,20	1,199	4,47	0,644	4,74	0,346		
4,21	1,172	4,48	0,629	4,75	0,338		
4,22	1,145	4,49	0,615	4,76	0,330		
4,23	1,119	4,50	0,601	4,77	0,323		
4,24	1,093	4,51	0,587	4,78	0,315		
4,25	1,068	4,52	0,574	4,79	0,308		
4,26	1,044	4,53	0,561	4,80	0,301		

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

344090, г. Ростов-на-Дону
пр. Стачки, 198

Факс: (8632) 22-44-70
Телефон (8632) 22-66-68
E-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений **№ 6.24-2007**

Методика выполнения измерений массовой концентрации фторидов в водах потенциометрическим методом с ионселективным электродом,

разработанная Государственным учреждением «Гидрохимический институт»

и регламентированная РД 52.24.360-2008. Массовая концентрация фторидов в водах. Методика выполнения измерений потенциометрическим методом с ионселективным электродом,

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

В результате аттестации установлено, что методика выполнения измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности измерений и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации фторидов X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,19 до 19,00 включ.	0,01+0,05·X	0,01+0,10·X	0,052·X	0,02+0,20·X
Св. 19,0 до 190,0 включ.	0,2+0,041·X	0,4+0,082·X	0,2+0,044·X	0,7+0,17·X

Таблица 2 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации фторидов X, мг/дм^3	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, мг/дм^3
От 0,19 до 19,00 включ.	0,03+0,17·X	0,03+0,28·X
Св. 19,0 до 190,0 включ.	0,7+0,14·X	1,1+0,23·X

При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, 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 исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.360-2008.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Дата выдачи 16 мая 2007 г.



Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru