ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А. А. Соловьянов
"21" марта 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МАРГАНЦА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ФОРМАЛЬДОКСИМОМ

ПНД Ф 14.1:2.103-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них массовой концентрации растворенных форм марганца в диапазоне от 0,05 до 1,50 мг/дм^3 фотометрическим методом с формальдоксимом без разбавления и концентрирования пробы.

Если массовая концентрация марганца в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы так, чтобы концентрация марганца соответствовала регламентированному диапазону.

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют предварительным фильтрованием пробы.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации марганца основан на взаимодействии его в любой возможной степени окисления с формальдоксимом в щелочной среде (pH 10-13) с образованием комплекса, который быстро приобретает красно-коричневый цвет вследствие окисления кислородом воздуха. Окраска развивается в течение нескольких минут и устойчива длительное время (более 1 часа). Оптическую плотность образующегося комплекса измеряют на спектрофотометре в видимой области спектра (λ = 455 нм) или фотометре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания λ = 440 нм.

3. 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, воспроизводимости, правильности

Диапазон измерений массовой концентрации марганца, 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, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), ±δ_c, %
от 0.05 до 0.10 вкл.	40	13	18	18
св. 0.10 до 1.50 вкл.	22	7	10	10

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений

Спектрофотометр или фотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ = 440 - 455 нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа — ГОСТ 24104-2001

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа — ГОСТ 24104-2001

СО с аттестованным содержанием марганца с погрешностью не более 1 % при P = 0.95 (или перманганат калия, п. 4.3)

pH-метр или иономер с погрешностью измерения pH не более 0,05 единиц pH

Термометр с диапазоном 0 – 100°С — ГОСТ 29224

Колбы мерные, наливные — ГОСТ 1770

2-50-2

2-100-2

2-500-2

Пипетки градуированные	ГОСТ 29227
1(3)-1-2-1	
1(3)-1-2-2	
1(3)-2-2-5	
1(3)-2-2-10	
Пипетка с одной меткой	ГОСТ 29169
2-2-5	
2-2-20	
Цилиндры мерные	ГОСТ 1770
1(3)-10	
1(3)-50	
1(3)-100	
1(3)-250	
1(3)-500	

4.2. Вспомогательные устройства

Шкаф сушильный общелабораторного назначения	ГОСТ 13474
Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336
СВ-14/18	
СВ-34/12	
Стаканы химические	ГОСТ 25336
В-1-100 ТХС	
В-1-500 ТХС	
В-1-1000 ТХС	
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336
В-56-80 ХС	
Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47	ТУ-3616-001-32953279-97
Капельница 2-50 ХС	ГОСТ 25336
Колбы конические	ГОСТ 25336
Кн-2-100-40 ТХС	
Кн-2-2000-50 ТС	
Стеклянные палочки длиной 25 – 30 см и ∅ 3 – 4 мм	

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерения и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.п. 4.1 и 4.2.

4.3. Реактивы и материалы

Перманганат калия	ГОСТ 20490
Серная кислота	ГОСТ 4204
Азотная кислота концентрированная	ГОСТ 4461
Сульфит натрия безводный или сульфит натрия, гептагидрат	ГОСТ 195 ГОСТ 429
Гидроксиламина гидрохлорид	ГОСТ 5456
Формальдегид, 40 % раствор (формалин)	ГОСТ 1625
Аммиак водный, концентрированный	ГОСТ 3760
Динатриевая соль этилендиамин-N, N, N, N-тетрауксусной кислоты, дигидрат (трилон Б)	ГОСТ 10652
Бумага индикаторная универсальная (pH 1-10)	ТУ 6-09-1181
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678
Вата хлопковая или вата стеклянная	ГОСТ 5556
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже ч.д.а.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±6)°С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- 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 азотной кислоты 1:1, а затем дистиллированной водой.

8.3. Пробы воды отбирают в полиэтиленовые бутыли с плотно завинчивающимися пробками вместимостью 1 $дм^3$.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

8.4. Пробы анализируют не позднее, чем через 4 часа после отбора или консервируют, добавляя к пробе 0,2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты на каждые 100 $см^3$ пробы. Если при этом величина pH пробы будет более 2, добавляют еще несколько капель кислоты.

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. Раствор формальдоксима.

20 г гидрохлорида гидроксиламина растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 10 $см^3$ формалина, перемешивают, добавляют еще 280 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 1 мес.

9.1.2. Раствор гидроксиламина гидрохлорида, 10 %.

50 г гидроксиламина солянокислого растворяют в 450 см^3 дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке не более 1 мес.

9.1.3. Раствор аммиака, 3:1.

375 см^3 аммиака водного смешивают с 125 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой склянке в течение 3 мес.

9.1.4. Раствор сульфита натрия, 10 %.

10 г безводного сульфита натрия или 20 г гептагидрата растворяют соответственно в 90 см^3 или 80 см^3 дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 1 мес.

9.1.5. Раствор трилона Б, 0,1 моль/дм^3.

9,3 г трилона Б растворяют в 250 см^3 дистиллированной воды. Хранят не более 1 мес.

9.1.6. Раствор азотной кислоты, 1 % (для очистки мембранных фильтров).

7,6 см^3 концентрированной азотной кислоты приливают к 0,5 дм^3 дистиллированной воды и перемешивают. Хранят в склянке с притертой пробкой в течение 1 года.

9.2. Приготовление градуировочного раствора

Градуировочный раствор, аттестованный по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца (СО) марганца или из перманганата калия.

При использовании СО производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация марганца в градуировочном растворе должна составлять 5,00 мг/дм^3.

Приготовление градуировочного раствора из перманганата калия выполняют в соответствии с Приложением А.

9.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовыми концентрациями ионов марганца 0 -1,5 мг/дм^3. Условия проведения анализа должны соответствовать п. 7.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочного графика приведены в табл. 2.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 3 % относительно приписанного значения массовой концентрации марганца.

При построении градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 приливают с помощью градуированных пипеток аликвотные части рабочего градуировочного раствора марганца, доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки при определении марганца

N п/п	Концентрация марганца, мг/дм^3	Объем рабочего градуировочного раствора, см^3
1	0,0	0,0
2	0,05	0,5
3	0,10	1,0
4	0,20	2,0
5	0,50	5,0
6	1,00	10,0
7	1,50	15,0

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации согласно п. 10.

Измеряют оптическую плотность проб с добавками рабочего градуировочного раствора марганца по отношению к холостой (не содержащей добавки) пробе при λ = 460 - 490 нм, фотометрируя 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

Градуировочный график строят в координатах: массовая концентрация марганца, мг/дм^3 - усредненная оптическая плотность.

9.4. 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 табл. 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \le 1{,}96\sigma_{R_л},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации ионов марганца в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации ионов марганца в образце для градуировки;

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

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории ус-

танавливать 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 нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Отбирают 50 $см^3$ отфильтрованной анализируемой воды в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$, приливают 5 $см^3$ раствора формальдоксима, перемешивают, сразу же добавляют 5 $см^3$ раствора аммиака, вновь энергично перемешивают и оставляют на 5 мин. Затем приливают к ней 5 $см^3$ раствора трилона Б, 5 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина и хорошо перемешивают.

Одновременно с серией анализируемых проб выполняют обработку холостой пробы, используя 50 $см^3$ дистиллированной воды.

В случае, если анализируемая проба воды заметно окрашена, холостую пробу готовят из этой же воды, но вместо раствора формальдоксима добавляют 5 $см^3$ дистиллированной воды.

Если проба в ходе анализа помутнела, после развития окраски ее фильтруют через бумажный фильтр.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемой пробы по отношению к холостой пробе на фотоколориметре (λ = 440 нм) или спектрофотометре (λ = 455 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочного графика, повторяют определение, взяв меньшую аликвоту анализируемой воды и доведя ее объем до 50 $см^3$ дистиллированной водой.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию ионов марганца в анализируемой пробе воды X находят по градуировочному графику.

Если перед определением проводилось разбавление пробы, резуль-

тат, найденный по градуировочному графику, умножают на коэффициент K = 50/V, где V – аликвота пробы воды, взятая для анализа, $см^3$.

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 3.

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

Таблица 3

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений массовой концентрации марганца, $мг/дм^3$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.05 до 0.10 вкл.	50
св. 0.10 до 1.50 вкл.	28

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, P=0.95,$$

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:

$$X \pm \Delta_л, \text{ мг/дм}^3, P=0.95,$$

при условии $\Delta_л < \Delta$,

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

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

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

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:

$$K_к = | X' - X - C_д |,$$

где X' - результат анализа массовой концентрации ионов марганца в пробе с известной добавкой;

X - результат анализа массовой концентрации ионов марганца в исходной пробе;

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X'}^2 + \Delta_{л,X}^2},$$

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

$$K_к \le K \qquad (1)$$

При невыполнении условия (1) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (1) 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:

$$K_к = | X_к - C |$$

где $X_к$ - результат анализа массовой концентрации ионов марганца в образце для контроля;

C - 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:

$$K_к \le K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводя-

щие 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
(обязательное)

Приготовление градуировочных растворов из перманганата калия

А.1. Основной раствор сульфата марганца(II) с массовой концентрацией ионов марганца 100 мг/дм^3

Навеску 0,1438 г перманганата калия помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды. Затем добавляют 2 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и по каплям приливают раствор сульфита натрия до исчезновения розовой окраски. При этом Mn(VII) восстанавливается в Mn(II). Раствор нагревают до кипения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 6 месяцев.

А.2. Рабочий раствор сульфата марганца(II) с массовой концентрацией ионов марганца 5,00 мг/дм^3

Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 5,0 см^3 основного раствора сульфата марганца, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, лаб. 224

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail gost.e-ecolog.ru

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY»- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia

Fax: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.121 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации марганца в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с формальдоксимом,*
разработанная *ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

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

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

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

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 (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 0.05 до 0.10 вкл.	13	18	18	40
св. 0.10 до 1.50 вкл.	7	10	10	22

2.Диапазон измерений, 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 0.05 до 0.10 вкл.	50
св. 0.10 до 1.50 вкл.	28

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.

4. Дата выдачи свидетельства 01.06.2004 г.
Срок действия до 01.06.2009 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

2215

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.99/2008

Методика выполнения измерений массовой концентрации марганца в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с формальдоксимом,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),

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.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией Г.И. Терентьев

Дата выдачи: 27.10.2008 г.

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

METRON

Приложение к свидетельству № 223.1.01.03.99/2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации марганца
в пробах природных и очищенных сточных вод
фотометрическим методом с формальдоксимом

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* (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,05 до 0,1 включ.	13	18	18	40
св. 0,1 до 1,5 включ.	7	10	10	22

2 Диапазон измерений, 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 0,05 до 0,1 включ.	50
св. 0,1 до 1,5 включ.	28

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 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» Кочергина О.В. Кочергина

gost.e-ecolog.ru

* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k =2