ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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



В.И.Цуканов
2012 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ ЦИНКА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С СУЛЬФАРСАЗЕНОМ

ПНД Ф 14.1:2.195-2003
(ФР.1.31.2007.03804)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2003 г.
(Издание 2012 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит ФБУ «ФЦАО».

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфарсазеном.

Диапазон измеряемых концентраций от 0,005 до 5 мг/дм^3.

Если массовая концентрация ионов цинка в анализируемой пробе меньше 0,02 мг/дм^3, то пробу необходимо концентрировать.

Если массовая концентрация ионов цинка в анализируемой пробе превышает 0,5 мг/дм^3, то пробу необходимо разбавлять.

Определению ионов цинка мешают ионы ртути и свинца. Обычно их содержание значительно ниже содержания ионов цинка, поэтому их влиянием можно пренебречь.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Таблица 1 – Диапазон измерении, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости), σ_R, %
От 0,005 до 0,02 вкл.	35	12	18
Св. 0,02 до 0,1 вкл.	30	10	15
Св. 0,1 до 5 вкл.	20	7	11

[1] Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2

Значения показателя точности методики используют при:

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

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и стандартные образцы. .

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

- Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при $\lambda = 540$ нм
- Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм
- Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008
- Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001
- Иономер ЭВ-74
- Колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 25, 50, 100, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74
- Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91
- Цилиндры мерные 2-го класса точности, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770-74
- Универсальная индикаторная бумага по ТУ 09-1181-89

3.2 Посуда

- Колбы конические, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336-82

- Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми пробками вместимостью 500–1000 $см^3$ для отбора и хранения проб.

Примечания

1 Допускается применение иных средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы, стандартные образцы

- Сульфарсазен по ТУ 6-09-4681-83
- Натрий сернистокислый (сульфит) по ГОСТ 195-77
- Кислота сульфосалициловая, 2-водная по ГОСТ 4478-78
- Кислота серная по ГОСТ 4204-77
- Кислота соляная по ГОСТ 3118-77
- Тиомочевина по ГОСТ 6344-73
- Натрий тетраборнокислый, 10-водный по ГОСТ 4199-76
- Аммиак водный по ГОСТ 3760-79
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- ГСО состава раствора с аттестованным значением массовой концентрации ионов цинка 1 $мг/см^3$ и погрешностью аттестованного значения не более 1 %

Примечания

1 Все реактивы должны иметь квалификацию х.ч. или ч.д.а.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Фотометрический метод определения массовой концентрации ионов цинка основан на взаимодействии ионов цинка в слабокислой среде с сульфарсазеном (плюмбоном) с образованием комплексного соединения красно-оранжевого цвета, интенсивность окраски которого измеряется при длине волны $\lambda = 540$ нм.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

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 соблюдается по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

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

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях.

- Температура окружающего воздуха	(20±5) °С
- Атмосферное давление	(84-106) кПа
- Относительная влажность	не более 80 % при t=25 °С
- Напряжение в сети	(220±22) В

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка прибора, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, построение градуировочного графика, контроль стабильности градуировочной характеристики, отбор и хранение проб.

8.1 Подготовка прибора

Подготовку к работе спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и иономера проводят в соответствии с руководствами по эксплуатации приборов.

8.2 Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1 Приготовление раствора натрия тетраборнокислого с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3

Навеску 19,07 г натрия тетраборнокислого 10-водного растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Срок хранения раствора 10 дней.

8.2.2 Приготовление раствора сульфарсазена с массовой долей 0,05 %

Навеску сульфарсазена 0,05 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором натрия тетраборнокислого, приготовленного по п.8.2.1.

Срок хранения раствора 1 месяц.

8.2.3 Приготовление раствора сульфита натрия с массовой долей 20 %

Навеску 20 г сульфита натрия помещают в коническую колбу и растворяют в 80 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора 1 месяц.

8.2.4 Приготовление раствора тиомочевины с массовой долей 10 %

Навеску 10 г тиомочевины помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора 1 месяц.

8.2.5 Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10 %

Навеску 10 г сульфосалициловой кислоты помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды.

Раствор используют до внешних изменений.

8.2.6 Приготовление раствора аммиака (1:1)

Смешивают равные количества аммиака (25%-ного) и дистиллированной воды.

Раствор используют до внешних изменений.

8.2.7 Приготовление раствора серной кислоты (1:1)

Смешивают равные объемы концентрированной серной кислоты и дистиллированной воды, осторожно приливая кислоту в воду.

Срок хранения раствора не ограничен.

8.3 Приготовление градуировочных растворов

8.3.1 Приготовление основного градуировочного раствора ионов цинка с массовой концентрацией 0,025 мг/см^3

Раствор готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой инструкцией. В 1 см^3 раствора должно содержаться 0,025 мг ионов цинка.

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.3.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора ионов цинка с массовой концентрацией 0,0005 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 10 см^3 основного градуировочного раствора ионов цинка и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.4 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией ионов цинка от 0,02 до 0,5 мг/дм^3. Состав и количество образцов для построения градуировочного графика приведены в таблице 2.

Образцы для градуировки готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3, далее растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3 и проводят через весь ход анализа по п.9.

Условия анализа должны соответствовать п. 7.

Таблица 2- Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Объем рабочего градуировочного раствора ионов цинка с конц. 0,0005 мг/см^3, см^3	Содержание ионов цинка в мерной колбе вместимостью 25 см^3, мг	Массовая концентрация ионов цинка в градуировочных растворах, мг/дм^3
1	0	0	0
2	1,0	0,0005	0,02
3	2,0	0,0010	0,04
4	5,0	0,0025	0,10
5	10,0	0,0050	0,20
6	15,0	0,0075	0,30
7	20,0	0,0100	0,40
8	25,0	0,0125	0,50

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. По оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм^3.

Можно также проводить расчет концентрации цинка по методу наименьших квадратов.

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в квартал или при смене партии реактивов, после ремонта и поверки прибора. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

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

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

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

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

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

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

8.6 Отбор и хранение проб

8.6.1 Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод».

8.6.2 Пробы отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

8.6.3 Пробы анализируют в день отбора или консервируют добавлением концентрированной серной или соляной кислоты (5 $см^3$ кислоты на 1 $дм^3$) до $1 < pH < 2$. Контролируют pH по универсальной индикаторной бумаге. Законсервированные пробы хранят не более 1 месяца.

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

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

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Пробу воды, если она была подкислена, доводят до нейтральной реакции раствором аммиака 1:1. Затем доводят значение pH пробы до 4,5 ед. pH раствором серной кислоты 1:1, контролируя величину pH на иономере.

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 25 $см^3$ анализируемой воды. Если содержание ионов цинка в воде предположительно более 0,5 $мг/дм^3$, то воду необходимо разбавить дистиллированной водой так, чтобы массовая концентрация ионов цинка соответствовала диапазону 0,02 до 0,5 $мг/дм^3$ (коэффициент разбавления не более 50).

К пробе добавляют 1 $см^3$ 20 % раствора сульфата натрия, 1 $см^3$ 10 % раствора сульфосалициловой кислоты, 1 $см^3$ 10% раствора тиомочевины и 2 $см^3$ 0,05 % раствора сульфарсазена. Тщательно перемешивают и доводят до метки 0,05 $моль/дм^3$ раствором натрия тетраборнокислого. Вновь перемешивают.

Через 10 минут измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Из оптической плотности пробы вычитают оптическую плотность «холостого опыта», проведенного с дистиллированной водой через весь ход анализа.

В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

Массовую концентрацию цинка в мг/дм^3 находят по градуировочному графику.

При анализе пробы воды выполняют два параллельных определения.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

10.1 Массовую концентрацию ионов цинка (X, мг/дм^3) в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

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

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

K - коэффициент разбавления или концентрирования пробы.

10.2 За результат измерений принимают единичный результат (X) или среднее арифметическое значение ($X_{ср}$) двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср} \qquad (4)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

При невыполнении условия (4) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

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 разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

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

Таблица 3 – Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазоны измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0,005 до 0,02 вкл.	34	50
Св. 0,02 до 0,1 вкл.	28	42
Св. 0,1 до 5 вкл.	20	31

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

где Δ - показатель точности методики.

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

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

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

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

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с п. 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации ионов цинка в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3;

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации ионов цинка в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X_{ср}}^{2} + \Delta_{л,X_{ср}}^{2}}, \qquad (6)$$

где $\Delta_{л,X_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации ионов цинка в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений 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 измерений.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| C_{ср} - C \right|, \qquad (8)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации ионов цинка в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3;

C – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (9)$$

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

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений 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 измерений.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (10)$$

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

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 020/01.00301-2010/2012

Методика измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфарсазеном,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава природных и сточных вод,

разработанная Брянским филиалом ФБУ «ЦЛАТИ по ЦФО» - филиал ЦЛАТИ по Брянской области, 241019, г. Брянск, пер. Осоавиахима, д. 3-г,

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2.195-2003 «Методика измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфарсазеном», 2012 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с **Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.**

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» **В.И. Цуканов**

Дата выдачи: 07.12.2012

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, 9А, тел./факс: (495) 781-64-95,
gost.e-ecolog.ru

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 020/01.00301-2010/2012 об аттестации методики измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфарсазеном

на 1 листе

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
От 0,005 до 0,02 вкл.	35	12	18
Св. 0,02 до 0,1 вкл.	30	10	15
Св. 0,1 до 5 вкл.	20	7	11

Таблица 2 – Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазоны измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0,005 до 0,02 вкл.	34	50
Св. 0,02 до 0,1 вкл.	28	42
Св. 0,1 до 5 вкл.	20	31

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»
Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389-2, дата выдачи: 12.11.2012 г.) Т.Н. Попова

gost.e-ecolog.ru

[1] Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2