МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
_____ В.Ф.Костин
_____ 1996 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ.

ПНД Ф 14.1:2.50—96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1996 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ.

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.025/2004 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).***

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает фотометрическую методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения в них железа общего при массовой концентрации от 0,10 до 10,0 мг/дм^3.

Если массовая концентрация общего железа в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация общего железа соответствовала регламентированному в таблице 1 диапазону.

Если массовая концентрация общего железа в анализируемой пробе ниже минимально определяемой, то допускается концентрирование.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ, нитритов, полифосфатов и др. устраняется специальной подготовкой пробы (см. п.9).

При наличии в анализируемой пробе ионов хрома и цинка в количествах, превышающих в 10 раз концентрацию железа; меди и кобальта в концентрациях, превышающих 2,0 мг/дм^3 - следует использовать другой метод.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации общего железа основан на образовании сульфосалициловой кислотой или ее натриевой солью с солями железа окрашенных комплексных соединений, причем в слабокислой среде сульфосалициловая кислота реагирует только с солями железа $^{(3+)}$ (красное окрашивание), а в слабощелочной среде - с солями железа $^{(2+)}$ и $^{(3+)}$ (желтое окрашивание).

Оптическую плотность окрашенного комплекса для железа общего измеряют при длине волны λ=425 нм, для железа $^{(3+)}$,при длине волны λ=500 нм

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 0,1 до 1,0 вкл.	30	8	12
св 1,0 до 5,0 вкл.	15	4	6
св 5,0 до 10,0 вкл	10	3	4

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией,

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

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

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерения, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 425$ и $\lambda = 500$ нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 и 50 мм.

Весы лабораторные, 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16 0 801 397

ГСО с аттестованным содержанием железа.

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-(2)-25 (50,100,1000)-2, ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250 ТС, ГОСТ 25336.

Пипетки мерные 4(5)-2-1(2),

6(7)-2-5(10), **ГОСТ 29227**[@].

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 250-500 $см^3$ для отбора и хранения проб.

3.3. Реактивы

Аммоний хлористый, ГОСТ 3773.

Кислота соляная, ГОСТ 3118.

Кислота азотная, ГОСТ 4461.

Кислота серная, ГОСТ 4204.

Кислота сульфосалициловая, **ГОСТ 4478**[@].

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6-09-5359 или ГОСТ 4205.

Аммиак водный, ГОСТ 3760.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233.

Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181.

Все реактивы должны быть квалификации ч д.а или х ч

4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

4.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4 009.

ПНД Ф 14.1:2.50-96 [@]Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;

атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт ст);

относительная влажность (80±5) %,

напряжение сети (220±10) В;

частота переменного тока (50 ±1) Гц

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

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

7.1. Подготовка посуды для отбора проб

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, обрабатывают раствором азотной кислоты (1 1), тщательно промывают водопроводной, затем 3-4 раза дистиллированной водой.

7.2. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой Объем отбираемой пробы должен быть не менее 250 $см^3$.

7.3. Если анализ выполняется в течение суток, пробу отбирают не консервируя. При невозможности выполнения анализа в указанные сроки пробу обрабатывают одним из следующих способов

- если необходимо определять сумму растворенной и нерастворенной форм железа, к пробе добавляют 2 $см^3$ концентр. соляной кислоты или 2,5 $см^3$ концентр азотной кислоты на каждые 100 $см^3$ пробы;

- если необходимо определять железо растворенное, то отобранную пробу сразу фильтруют через мембранный фильтр (0,35-0,45 мкм), поместив в приемную колбу 1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты на каждые 100 $см^3$ пробы

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

цель анализа, предполагаемые загрязнители,

место, время отбора;

номер пробы,

должность, фамилия отбирающего пробу, дата

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты.

Навеску сульфосалициловой кислоты (20,0 г) помещают в колбу, растворяют в 80 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.2. Приготовление раствора аммиака (1:1).

Смешивают равные части аммиака концентрированного и дистиллированной воды

8.2.3. Приготовление раствора хлорида аммония.

Навеску хлорида аммония (107 г) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой Срок хранения - 1 неделя

8.2.4. Приготовление основного раствора железа из ГСО с аттестованным содержанием.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

1 $дм^3$ раствора должен содержать 100 мг железа.

Срок хранения - один месяц

8.2.5. Приготовление рабочего раствора железа.

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой

В 1 $дм^3$ раствора содержится 10 мг железа.

8.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией железа от 0,1 до 10,0 мг/дм^3. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п. 6 и 10

Состав и количество образцов для построения градуировочных графиков приведены в таблице 2. Погрешность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки, не превышает 2,5 %.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки при анализе железа

Номер образца	Массовая концентрация ионов железа в градуировочных растворах в мг/дм^3	Аликвотная часть раствора (см^3), помещаемая в мерную колбу на 100 см^3	
		Рабочий раствор с концентрацией 10 мг/дм^3 (градуиров. график 1)	Основной раствор с концентрацией 100 мг/дм^3 (градуиров. график 2)
1	0,00	0,00	
2	0,10	1,00	
3	0,25	2,50	
4	0,50	5,00	
5	0,75	7,50	
6	1,00	10,00	1,00
7	2,50		2,50
8	5,00		5,00
9	7,50		7,50
10	10,00		10,00

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – величину концентрации вещества в мг/дм^3

8.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене партий реактивов Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2)

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

$$| X - C | \leq 1{,}96\sigma_{R_л},$$

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

C – аттестованное значение массовой концентрации железа 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 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.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. Измерению концентрации железа с применением раствора сульфосалициловой кислоты мешает собственная окраска пробы. Если окраска пробы сохраняется после проведения пробоподготовки (п.9.2), то окрашенную пробу обрабатывают по п 10 1, но без добавления сульфосалициловой кислоты Измеряют оптическую плотность и найденную величину вычитают из полученного результата

9.2. Для устранения мешающего влияния органических веществ пробу озоляют При озолении пробы, в стакан из термостойкого стекла вместимостью 100 см^3 помещают объем пробы сточной воды в зависимости от содержания в ней железа (0,1-10,0 мг/дм^3) Последовательно прибавляют 2,0 и 5,0 см^3 концентрированной серной и азотной кислоты соответственно, накрывают часовым стеклом и кипятят смесь до появления густого белого дыма, после чего нагревание прекращают. Раствор охлаждают до комнатной температуры, разбавляют дистиллированной водой и нагревают до кипения для растворения труднорастворимых солей, фильтруют (в случае необходимости), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и проводят анализ по п 10

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Определение железа общего (Fe^{2+} и Fe^{3+})

Если в обработке пробы по п.9 2 нет необходимости, то к отобранному объему (100 см^3 и менее) добавляют 0,5 см^3 азотной кислоты концентрированной и упаривают раствор до 1/3 объема.

Полученный раствор с концентрацией железа от 0,1 до 10,0 мг/дм^3 [а] **фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2,0 см^3 аммония хлористого (п.8.2.3), 2,0 см^3 сульфосалициловой кислоты (п.8.2.1), 2,0 см^3 аммиака (п.8.2.2), pH раствора должен составлять 7-8 (по индикаторной бумаге). Доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают и оставляют на 5 мин до развития окраски**[а]. Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волны $\lambda = 425$ нм в кювете с длиной поглощающего слоя 50 или 10 мм по отношению к холостому раствору, проведенному с дистиллированной водой через весь ход анализа По градуировочному графику находят содержание железа общего.

10.2. Определение железа (Fe^{3+})

Определение можно проводить только в тех случаях, когда пробу не обрабатывали с целью разрушения органических компонентов, и не кипятили, т.к при этом железо $^{(2+)}$ окисляется до железа $^{(3+)}$

Пробу объемом 80,0 см^3 и менее, в зависимости от концентрации, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, нейтрализуют раствором аммиака или соляной кислоты до pH 3-5 по индикаторной бумаге, прибавляют 2 см^3 сульфосалициловой кислоты (п 8.2.1.), доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают и оставляют на 5 мин до полного развития окраски.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волны λ = 500 нм в кювете с длиной поглощающего слоя 10 или 50 мм по отношению к холостому раствору, проведенного таким же способом с дистиллированной водой По градуировочному графику находят содержание железа общего

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание железа рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 100}{V},$$

где X – содержание железа, мг/дм^3;

C - концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

100 - объем, до которого была разбавлена проба, см^3,

V - объем, взятый для анализа, см^3.

За результат анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

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

Таблица 3

Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,1 до 1,0 вкл.	22
св. 1,0 до 5,0 вкл	11
св 5,0 до 10,0 вкл.	8

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4

Таблица 4

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,1 до 1,0 вкл	34
св 1,0 до 5,0 вкл.	17
св 5,0 до 10,0 вкл	11

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

12.1. Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде $X_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01\ \delta X_{ср}$

Значение δ приведено в таблице 1

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде $X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ – 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

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

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

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

12.2. В том случае, если массовая концентрация железа в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация железа соответствовала регламентированному диапазону

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta'$, P=0,95,

где $\pm \Delta'$ – значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

12.3. Если массовая концентрация железа в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование В этом случае одновременно с анализируемой пробой ведут контрольный анализ аттестованного раствора с содержанием железа, соответствующим его содержанию в исходной рабочей пробе Результат анализа исходной рабочей пробы признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие

$$|X - C| < K,$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации железа в образце для контроля (стандартном растворе);

C - аттестованное значение массовой концентрации железа в образце для контроля (стандартном растворе);

K - норматив оперативного контроля процедуры анализа.

$K = \Delta$" - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину концентрирования пробы

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:

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации железа в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации железа в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

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

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации железа 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: $\Delta_л = 0{,}84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) 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.

$$K_к = \left| C_{ср} - C \right|$$

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

С – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля *К* 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: $\Delta_л = 0{,}84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия

$$K_к \leq K \qquad (3)$$

При невыполнении условия (3) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению

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

Приложение (рекомендуемое)

Форма записи результатов анализа.

Проба	Наименование компонента	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
			Фактическое	Допускаемое	
1	2	3	4	5	6

1.
2.
среднее.

Приложение 2 (рекомендуемое)

1. Приготовление основного стандартного раствора из соли железа.

Навеску железоаммонийных квасцов (0,8634 г) помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки.

В 1 $дм^3$ раствора содержится 100 мг железа.

Срок хранения - один месяц.

1.1. Приготовление рабочего стандартного раствора из основного стандартного раствора.

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного стандартного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

В 1 $дм^3$ раствора содержится 10 мг железа.

[redacted]

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

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

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

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224
Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia
Fax: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.025 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации общего железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой,*
разработанная *ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г. Москва),*
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, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 0 1 до 1.0 вкл	30	8	12
св. 1.0 до 5 0 вкл.	15	4	6
св. 5.0 до 10.0 вкл.	10	3	4

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.1 до 1.0 вкл.	22	34
св. 1.0 до 5.0 вкл.	11	17
св. 5 0 до 10.0 вкл.	8	11

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 выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

[illegible] свидетельства 02.02.2004 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

gost.e-ecolog.ru