**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

**УТВЕРЖДАЮ**
**Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»**
**К.А. Сапрыкин**
**2007 г.**

# КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

# МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФАТ-ИОНОВ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

**ПНД Ф 14.1:2.240-07**

**Методика допущена для целей государственного экологического контроля**

**МОСКВА 2007 г.**

gost.e-ecolog.ru

## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа (КХА) проб природных и сточных вод для определения в них сульфат-ионов гравиметрическим методом.

Диапазон определяемых концентраций от 20 до 500 мг/дм$^3$.

Если массовая концентрация сульфат-ионов в пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация их соответствовала регламентированному диапазону.

Определению мешают силикаты (более 25 мг/дм$^3$), ионы железа (более 10 мг/дм$^3$), взвешенные и коллоидные вещества, гуминовые вещества, сульфиты.

Мешающие влияния устраняют предварительной обработкой пробы перед осаждением сульфат-ионов (п.9).

## 1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Гравиметрический метод определения массовой концентрации сульфат-ионов основан на их способности образовывать в слабокислой среде и в присутствии ионов бария малорастворимый осадок сульфата бария.

## 2 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 и воспроизводимости методики**

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R$, % | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, % |
|---|---|---|---|
| От 20 до 100 вкл. | 10 | 13 | 30 |
| Св. 100 до 200 вкл. | 8 | 11 | 23 |
| Св. 200 до 500 вкл. | 7 | 9 | 18 |

## 3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

### 3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

- Весы лабораторные общего назначения, например, ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
- Гири по ГОСТ 7328-2001.
- Шкаф сушильный типа СНОЛ.
- Печь муфельная любого типа, обеспечивающая температурный режим от 700 до 900 °С.
- Баня водяная любого типа.
- Электроплитка с регулятором нагрева и закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.
- Колбы мерные, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91.
- Пипетки с одной отметкой вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 29169-91.
- Цилиндры или мензурки, 1(3)-50, 1(3)-100, 1(3)-250 по ГОСТ 1770-74.
- Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона с погрешностью аттестованного значения не более 1% при P=0,95.
- Стаканы химические В-1-100, В-1-250, В-1-500 по ГОСТ 25336-82.
- Колбы конические по ГОСТ 25336-82.
- Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82.
- Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.
- Тигли фарфоровые диаметром 25-35 мм по ГОСТ 9147-80.
- Стеклянные палочки.
- Часовые стекла диаметром 7-10 мм.
- Капельницы по ГОСТ 25336-82.
- Эксикатор по ГОСТ 25336-82.
- Фильтры мембранные «Владипор МФА-МА», С, 44 мкм по ТУ 6-05-1903.
- Фильтр обеззоленный «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.
- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

### 3.2 Реактивы

- Барий хлористый дигидрат по ГОСТ 4108-72.
- Кислота хлористоводородная (соляная) по ГОСТ 3118-77.
- Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.
- Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75.

- Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.
- Метиловый оранжевый, индикатор.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.
- Кальций хлористый безводный по ТУ 6-09-4711-81 (для эксикатора).
- Раствор йода, фиксанал 0,1 н по ТУ 6-09-2540-87.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Вода бидистиллированная по ТУ 6-09-2502-77.

Все реактивы должны иметь квалификацию "хч" или "чда".

## 4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

**4.1** При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

**4.2** Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

**4.3** Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

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

## 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может проводить химик-аналитик, владеющий техникой анализа, освоивший методику выполнения измерений и уложившийся в нормативы контроля точности.

## 6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|---|---|
| Температура окружающего воздуха | (20 ± 5)°С. |
| Атмосферное давление | (84-106) кПа. |
| Относительная влажность не более 80 % при температуре 25°С. | |
| Напряжение в сети | (220 ± 22) В. |
| Частота переменного тока | (50 ± 1) Гц. |

## 7 ОТБОР ПРОБ

**7.1** Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51591-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб" и ГОСТ 17.1.5.05-85 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков».

Пробу фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный

кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров «синяя лента». При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить.

7.2 Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты 1:1, затем тщательно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

7.3 Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли, подготовленные по п.7.2. Объём отбираемой пробы должен быть равен удвоенному объёму, необходимому для проведения анализа.

7.4 Пробы хранят при температуре 2-5°С. Пробу анализируют в течение 7 дней после отбора проб. Если в воде присутствуют заметные количества других соединений минеральной или органической серы, определение необходимо выполнить не позднее суток после отбора проб.

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

- цель анализа;
- место и время отбора;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

## 8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 8.1 Приготовление растворов

#### *8.1.1 Приготовление раствора бария хлористого с массовой долей 10%*

На аналитических весах взвешивают 12 г бария хлористого дигидрата, растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды и фильтруют через фильтр синяя лента. Срок хранения 6 месяцев.

#### *8.1.2 Приготовление раствора серебра азотнокислого с массовой долей 10%*

2,50 $см^3$ нитрата серебра растворяют в 25 $см^3$ бидистиллированной воды и добавляют 0,25 $см^3$ концентрированной азотной кислоты.

Хранят в склянке из темного стекла до внешних изменений.

#### *8.1.3 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)*

50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения 6 месяцев.

#### *8.1.4 Приготовление раствора соляной кислоты (1:50)*

2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты приливают к 100 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения 3 месяца.

*8.1.5 Приготовление 0,5% раствора метилоранжа*

Навеску 0,25 г метилоранжа растворяют в 50 см$^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

*8.1.6 Приготовление раствора аммиака с массовой долей 12%*

50 см$^3$ концентрированного аммиака вносят в колбу вместимостью 100 см$^3$ и добавляют 50 см$^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 2 месяца.

## 9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

**9.1** Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют предварительным фильтрованием (п.7.1) или центрифугированием пробы. Для удаления гумусовых веществ пробу воды пропускают через колонку (d = 1,5 ÷ 2 см; h = 25 ÷ 30 см), заполненную активированным углем БАУ, со скоростью 2 см$^3$/мин.

**9.2** Для устранения мешающего влияния силикатов пробу воды требуемого объема помещают в стакан, добавляют 5 см$^3$ раствора соляной кислоты 1:1 и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток нагревают в сушильном шкафу в течение 1 ч при t = 105°С, смачивают 5 см$^3$ раствора соляной кислоты 1:50, нагревают на плитке до начала кипения и добавляют 25 см$^3$ дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют и промывают фильтр 10-15 см$^3$ раствора соляной кислоты 1:50. Доводят объем пробы до исходного дистиллированной водой и выполняют определение по п.10.

**9.3** Мешающее влияние железа устраняют, осаждая его в виде гидроксида. Для этого к фильтрату, полученному после отделения силикатов (или к исходной пробе, если отделение силикатов не проводилось), прибавляют 1 см$^3$ раствора азотной кислоты, кипятят при слабом нагревании 5-10 мин, прибавляют раствор аммиака до щелочной реакции и помещают на водяную баню на 30 мин. Выделившиеся гидроксиды отфильтровывают, осадок на фильтре промывают небольшим количеством горячей дистиллированной воды, доводят объем фильтрата до исходного и выполняют определение по п.10.

## 10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Перед выполнением анализа можно провести качественное определение сульфат-ионов в исследуемой воде. Для этого берут 5 см$^3$ пробы, прибавляют 4-5 капель хлористоводородной кислоты (1:1) и 0,5 см$^3$ 10% раствора хлористого бария. По характеру выделяющейся мути и осадка судят ориентировочно о содержании сульфат-ионов и подбирают соответст-

вующие объемы проб для анализа.

Если сразу появляется слабая муть, ориентировочное содержание сульфат-ионов составляет от 10 до 100 мг/дм$^3$. При появлении сильной быстрооседающей мути ориентировочное содержание сульфат-ионов составляет от 100 до 500 мг/дм$^3$.

Отбирают пробу воды объемом 50-250 см$^3$ в зависимости от предполагаемого содержания сульфат-ионов (см. таблицу 2)

**Таблица 2**

| Предполагаемое содержание сульфат-ионов, мг/дм$^3$ | Объем пробы воды, см$^3$ |
|---|---|
| От 20 до 100 вкл. | 250 |
| Св. 100 до 250 вкл. | 100 |
| Св. 250 до 500 вкл. | 50 |

Пробу воды помещают в стакан нужной вместимости, добавляют 1-2 капли раствора метилоранжа и 2 см$^3$ раствора соляной кислоты 1:1. Смесь нагревают до кипения, затем при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой прибавляют по каплям 3 см$^3$ горячего раствора хлорида бария.

Дают пробе немного отстояться и добавляют к прозрачной жидкости над осадком несколько капель раствора хлорида бария. При появлении мути вводят еще 0,2 см$^3$ раствора хлорида бария для обеспечения полноты осаждения сульфат-ионов.

Смесь перемешивают в течение 1 мин, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают 2 ч на кипящей водяной бане и оставляют при комнатной температуре до следующего дня.

На следующий день жидкость над осадком, не взмучивая последний, фильтруют через фильтр «синяя лента», который предварительно промывают горячей дистиллированной водой и спиртом (для уплотнения).

Осадок сульфата бария 2-3 раза промывают декантацией, для чего заливают 20-30 см$^3$ горячей дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость над осадком осторожно сливают при помощи стеклянной палочки на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в стакане. Далее к осадку добавляют небольшое количество дистиллированной воды, взбалтывают осадок и, не давая отстояться, по палочке переносят на фильтр. Прилипшие к стенкам стакана частицы осадка снимают небольшим кусочком фильтра с помощью стеклянной палочки. Последнюю тщательно обтирают другим кусочком фильтра, оба кусочка присоединяют к осадку и обмывают палочку дистиллированной водой над фильтром с осадком.

Осадок на фильтре осторожно промывают несколько раз небольшими порциями горячей дистиллированной воды до отрицательной реакции

на наличие хлоридов. Для проверки на часовое стекло помещают несколько капель фильтрата и добавляют раствор нитрата серебра. При образовании мути промывание осадка продолжают до ее исчезновения.

Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель, высушивают, нагревая на плитке, затем обугливают в муфельной печи, стараясь, чтобы бумага не воспламенялась, и прокаливают при t=800°С до тех пор, пока осадок не станет белым. Охлажденный в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Повторяют процедуру прокаливания и взвешивания до тех пор, пока разница между взвешиваниями не превысит 1 мг. Повторное прокаливание проводят в течение 40-60 мин.

## 11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию сульфат-ионов X (мг/дм$^3$) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0{,}4115 \cdot 1000}{V}, \qquad (1)$$

где: a – масса тигля с осадком, мг;

b – масса тигля;

0,4115 – коэффициент пересчета с $BaSO_4$ на $SO_4$;

V – объем пробы, взятой на анализ, см$^3$.

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

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

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср}, \qquad (3)$$

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

При невыполнении условия (3) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

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 оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

**Таблица 3 – Диапазон измерений, значения предела 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 20 до 100 вкл. | 28 | 36 |
| Св. 100 до 200 кл. | 22 | 31 |
| Св. 200 до 500 вкл. | 20 | 25 |

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

где $\Delta$ - показатель точности методики.

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

## 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

$$K_к = | X'_{ср} - X_{ср} - C_д |, \qquad (4)$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в пробе с известной добавкой, мг/дм$^3$ – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11.

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в исходной пробе, мг/дм$^3$ – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11.

Норматив контроля $K$ рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (5)$$

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

$$K_к \leq K \qquad (6)$$

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6) 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

$$K_к = | C_{ср} - C |, \qquad (7)$$

где $C_{ср}$ – результат измерения массовой концентрации сульфат-ионов в образце для контроля, мг/дм$^3$ – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11;

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

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

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов измерений, 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 измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (8)$$

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

*Государственный научный метрологический центр*

**ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»**

# СВИДЕТЕЛЬСТВО

## об аттестации методики выполнения измерений

## № 223.1.01.01.429/2006

Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфат-ионов в природных и сточных водах гравиметрическим методом,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

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

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

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

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

*Приложение: метрологические характеристики МВИ на* 1 *листе*

Зам.директора по научной работе Медведевских

Зав.лабораторией

Дата выдачи: 15.12.2006 г.

Срок действия: 15.12.2011 г.

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

**Приложение к свидетельству № 223.1.01.01.429/2006**
**об аттестации методики выполнения измерений**
**массовой концентрации сульфат-ионов в природных и сточных водах**
**гравиметрическим методом**

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

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r$,% | Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R$% | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ± δ,% |
|---|---|---|---|
| От 20 до 100 вкл. | 10 | 13 | 30 |
| Св. 100 до 200 вкл. | 8 | 11 | 23 |
| Св.200 до 500 вкл. | 7 | 9 | 18 |

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 20 до 100 вкл. | 28 | 36 |
| Св. 100 до 200 вкл. | 22 | 31 |
| Св.200 до 500 вкл. | 20 | 25 |

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

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

gost.e-ecolog.ru