ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ (РОСГИДРОМЕТ)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.24.387-2006

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ФОСФОРА ОБЩЕГО В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ОКИСЛЕНИЯ ПЕРСУЛЬФАТОМ КАЛИЯ

Ростов-на-Дону
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ГУ «Гидрохимический институт»

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук, А.А. Назарова, канд. хим. наук, Т.О.Гончарова, канд. хим. наук, И.А.Рязанцева.

3 СОГЛАСОВАН с Начальником УМЗА и ГУ «ЦКБ ГМП» Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 27 марта 2006 г.

5 АТТЕСТОВАН ГУ «Гидрохимический институт», свидетельство об аттестации N 39.24-2005 от 15.02. 2005 г.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.387-2006 от 30.03.2006 г.

Внесен в Федеральный реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора за номером ФР. 1.31.2006.02516

7 ВЗАМЕН РД 52.24.387-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации общего фосфора в водах фотометрическим методом после окисления персульфатом»

Введение

Фосфор относится к числу биогенных элементов, имеющих особое значение для развития жизни в водных объектах. Соединения фосфора встречаются во всех живых организмах, они регулируют энергетические процессы клеточного обмена. При отсутствии соединений фосфора в воде рост и развитие водной растительности прекращается, однако избыток их также приводит к негативным последствиям, вызывая процессы эвтрофирования водного объекта и ухудшение качества воды.

Соединения фосфора попадают в природные воды в результате процессов жизнедеятельности и посмертного распада водных организмов, выветривания и растворения пород, содержащих фосфаты, обмена с донными осадками, поступления с поверхности водосбора, а также с бытовыми и промышленными сточными водами. Загрязнению природных вод фосфором способствуют широкое применение фосфорных удобрений, полифосфатов, содержащихся в моющих средствах, флотореагентов и др.

Соединения фосфора в природных водах представлены в виде ортофосфатов, полифосфатов и органических фосфорсодержащих соединений, причем преобладающей формой часто являются ортофосфаты.

В водах соединения фосфора, как минеральные, так и органические могут присутствовать в растворенном, коллоидном и взвешенном состоянии. В таблице 1 представлена классификация соединений фосфора, присутствующих в природных водах, а также термины, используемые для их идентификации на русском и английском языках.

Переход соединений фосфора из одной формы или физического состояния в другие осуществляется довольно легко, что создает сложности при определении тех или иных его форм. Обычно идентификация их осуществляется по процедуре, с помощью которой проводят определение. В том случае, когда анализируют фильтрованную пробу, говорят о растворенных формах, в противном случае – о суммарном содержании. Содержание взвешенных соединений фосфора находят по разности. Определение растворенных ортофосфатов осуществляется по реакции с молибдатом аммония и аскорбиновой кислотой с образованием молибденовой сини в исходной водной пробе, в то время как для определения полифосфатов и органического фосфора требуется предварительно перевести их в ортофосфаты путем кислого гидролиза или окисления, соответственно. Следует, однако, отметить, что разграничение приведенных форм не является строгим. При определении ортофосфатов из-за кислой реакции среды может гидролизоваться некоторая часть полифосфатов или лабильных органических соединений фосфора, но доля таких соединений невелика и на практике этим пренебрегают. При определении растворенных форм также может возникать неопределенность из-за возможности быстрого перехода разных форм фосфора друг в друга или прохождения через фильтр коллоидных веществ с размером частиц меньше, чем размер пор фильтра, поэтому иногда используют термин не «растворенные» формы, а «фильтруемые».

По причинам, приведенным выше, для получения сравнимых результатов определения соединений фосфора и однозначной их интерпретации важно строгое соблюдение условий предварительной обработки проб и процедуры анализа, в частности при определении растворенных форм проба должна быть отфильтрована как можно быстрее после отбора через фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Таблица 1 – Классификация соединений фосфора, присутствующих в природных водах

Химическая форма		Физическое состояние		
		Общее содержание	Растворенные или фильтруемые формы	Взвешенные формы
Все соединения фосфора (total phosphorus)		Валовый фосфор (total dissolved and suspended phosphorus)	Общий растворенный или фильтруемый фосфор (total dissolved or filtrable phosphorus)	Общий взвешенный фосфор (total particulate phosphorus)
Фосфор минеральный или фосфор неорганический (inorganic phosphorus)	Ортофосфаты (orthophosphates)	Общие ортофосфаты (total dissolved and suspended orthophosphates)	Растворенные или фильтруемые ортофосфаты (dissolved or filtrable orthophosphates)	Взвешенные ортофосфаты (particulate orthophosphates)
	Полифосфаты или фосфаты, гидролизуемые кислотой (acid-hydrolyzable phosphates)	Общие полифосфаты (total dissolved and suspended acid-hydrolyzable phosphates)	Растворенные или фильтруемые полифосфаты (dissolved or filtrable acid-hydrolyzable phosphates)	Взвешенные полифосфаты (particulate acid-hydrolyzable phosphates)
Фосфор органический (organic phosphorus)		Общий органический фосфор (total dissolved and suspended organic phosphorus)	Растворенный органический фосфор (dissolved or filtrable organic phosphorus)	Взвешенный органический фосфор (particulate organic phosphorus)

Содержание общего фосфора в слабо загрязненных природных водах может составлять тысячные или сотые, очень редко десятые доли мг/дм^3. Повышение содержания фосфора свидетельствует о загрязнении водного объекта.

Концентрация фосфора в природных водах подвержена сезонным колебаниям, поскольку она зависит от интенсивности процессов фотосинтеза и биохимического разложения органических веществ. Минимальные концентрации фосфора наблюдаются весной и летом, максимальные - осенью и зимой.

Уменьшение содержания фосфора в природных водах связано с потреблением его водными организмами, а также переходом в донные отложения при образовании нерастворимых фосфатов.

Содержание общего фосфора в природных водах не нормируется.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ФОСФОРА ОБЩЕГО В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ОКИСЛЕНИЯ ПЕРСУЛЬФАТОМ КАЛИЯ

Дата введения 2006-04-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - методика) массовой концентрации фосфора общего (суммы минеральных и органических соединений фосфора) в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,02 до 0,40 мг/дм^3 фотометрическим методом.

При анализе проб воды с массовой концентрацией фосфора превышающей 0,40 мг/дм^3, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

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

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

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

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

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

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

Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3 и А.4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измерений массовой концентрации фосфора общего X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,020 до 0,160 включ.	0,002	0,002+0,031·X	0,001+0,023·X	0,004+0,063·X
Св. 0,160 до 0,400 включ.	0,005	0,002+0,031·X	0,001+0,023·X	0,004+0,063·X

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией фосфора свыше 0,400 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$ где Δ - погрешность измерения концентрации фосфора в разбавленной пробе; η - степень разбавления.

Предел обнаружения фосфора общего фотометрическим методом 0,005 мг/дм^3.

Значения показателя точности методики используют при:

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

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2, СФ-46, СФ-56 и др.)

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

4.1.3 Весы лабораторные обычного (IV) класса точности по ГОСТ 29329-92 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фосфат-ионов ГСО 7260-96.

4.1.5 ГСО состава раствора фосфора общего ГСО 7241-96.

4.1.6 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

50 см^3 - 10 шт.
100 см^3 - 2 шт.
200 см^3 - 1 шт.
500 см^3 - 1 шт.

4.1.7 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1,2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 $см^3$ - 5 шт.
2 $см^3$ - 2 шт.
5 $см^3$ - 3 шт.
10 $см^3$ - 2 шт.

4.1.8 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 5 $см^3$ - 1 шт.
10 $см^3$ - 2 шт.
20 $см^3$ - 1 шт.
25 $см^3$ - 2 шт.

4.1.9 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 $см^3$ - 2 шт.
50 $см^3$ - 2 шт.
100 $см^3$ - 2 шт.
250 $см^3$ - 1 шт.
500 $см^3$ - 1 шт.

4.1.10 Колбы Кн или П исполнения 2, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 100 $см^3$ - 10 шт.
500 $см^3$ - 1 шт.

4.1.11 Пробирки П1, П2 , ТХС диаметром 21 мм, высотой 200 мм или колбы Кн исполнения 2, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью 100 $см^3$ - 10 шт.

4.1.12 Пробки-холодильники или часовые стекла - 10 шт.

4.1.13 Воронки лабораторные диаметром: 36 мм - 4 шт.
56 мм - 1 шт.
75 мм - 1 шт.

4.1.14 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью:
250 $см^3$ - 2 шт.
600 $см^3$ - 1 шт.
1000 $см^3$ - 2 шт.

4.1.15 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9, СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82 - 3 шт.

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

4.1.17 Капельница исполнения 2 вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336-82

4.1.18 Палочка стеклянная

4.1.19 Промывалка

4.1.20 Склянки для хранения проб и растворов из светлого и темного стекла с завинчивающимися или притертыми пробками вместимостью 100 $см^3$, 250 $см^3$, 500 $см^3$.

4.1.21 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 100 $см^3$, 250 $см^3$, 500 $см^3$.

4.1.22 Холодильник бытовой.

4.1.23 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.24 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

4.1.25. Баня водяная.

4.1.26 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных фильтров.

Допускается использование других типов средств измерений, вспомогательных устройств, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 Калий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат калия) KH_2PO_4 по ГОСТ 4198-75, х.ч. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Аммоний молибденовокислый (молибдат аммония $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$) по ГОСТ 3765-78, ч.д.а.

4.2.3 Аскорбиновая кислота фармакопейная.

4.2.4 Калий сурьмяно-виннокислый (антимонилтартрат калия) $K(SbO)C_4H_4O_6\cdot 1/2H_2O$ по ТУ 6-09-803-76, ч.д.а. (допускается ч.).

4.2.5 Калий надсернокислый (калия персульфат) по ГОСТ 4146-74, ч.д.а.

4.2.6 Аммиак водный, концентрированный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.

4.2.7 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

4.2.8 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

4.2.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.

4.2.10 2,4-динитрофенол по ТУ 6-09-1883-77, ч.д.а.

4.2.11 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86, ч.д.а.

4.2.12 Кальций хлористый (хлорид кальция), безводный по ГОСТ 450-77, ч

4.2.13 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87.

4.2.14 Хлороформ по ГОСТ 20015-88, очищенный.

4.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.16 Фильтры бумажные обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.17 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам.

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

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации общего фосфора основано на переводе всех фосфорсодержащих соединений в ортофосфаты путем окисления персульфатом калия в кислой среде при нагревании. Ортофосфаты затем определяют фотометрическим методом по реакции образования молибдофосфорной гетерополикислоты $H_7[P(Mo_2O_7)_6] \cdot nH_2O$, которая восстанавливается аскорбиновой кислотой до интенсивно окрашенной молибденовой сини. Максимум оптической плотности образовавшегося соединения наблюдается при 882 нм.

При анализе пробы, отфильтрованной через мембранный фильтр, определяют содержание растворенного общего фосфора. Валовое содержание определяют, анализируя тщательно перемешанную нефильтрованную пробу.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации общего фосфора в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требо-

вания безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

6.4 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием, освоившие методику и имеющие стаж работы в лаборатории не менее 6 мес.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха (22±5) °С ;

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

влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;

напряжение в сети (220±10) В;

частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб для определения общего фосфора производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы помещают в стеклянную посуду, полиэтиленовая посуда допуска-

ется только при консервации пробы замораживанием.

Вследствие биохимической неустойчивости соединения фосфора следует определять как можно быстрее после отбора пробы. Если анализ не может быть выполнен в день отбора, пробу консервируют, добавляя 2 - 4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ воды, и хранят при температуре от 3 °С до 5 °С не более 10 дней. Более длительное хранение возможно при замораживании пробы. Следует иметь в виду, что использование консервации не дает гарантии полной сохранности проб.

При определении растворенных форм фосфора фильтрование проб осуществляют немедленно после отбора пробы.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор серной кислоты, 34 %-ный (по объему)

Осторожно при непрерывном перемешивании приливают 170 $см^3$ концентрированной серной кислоты к 370 $см^3$ дистиллированной воды. После охлаждения раствор переносят в толстостенную склянку.

10.1.2 Раствор серной кислоты, 2,5 моль/$дм^3$

Осторожно приливают 70 $см^3$ серной кислоты к 440 $см^3$ дистиллированной воды, непрерывно перемешивая смесь. Раствор применяют после охлаждения.

10.1.3 Раствор молибдата аммония

Растворяют 20 г молибдата аммония $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ в 500 $см^3$ теплой дистиллированной воды. Если соль не растворяется, оставляют раствор до следующего дня. Если раствор остается мутным, его фильтруют через бумажный обеззоленный фильтр «белая лента». Хранят раствор в темной склянке не более 1 мес.

10.1.4 Раствор аскорбиновой кислоты

Растворяют 1,76 г аскорбиновой кислоты в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Используют раствор в день приготовления, либо хранят в холодильнике не более 5 дней.

6.1.5 Раствор антимонилтартрата калия

Растворяют 0,274 г антимонилтартрата калия $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят до появления белого

хлопьевидного осадка в темной склянке.

10.1.6 Смешанный реактив

Смешивают 125 $см^3$ раствора серной кислоты 2,5 моль/$дм^3$ с 37,5 $см^3$ раствора молибдата аммония, добавляют 75 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и затем приливают 12,5 $см^3$ раствора антимонилтартрата калия. Полученную смесь тщательно перемешивают. Реактив можно хранить не более 24 ч.

10.1.7 Раствор 2,4-динитрофенола

Растворяют 0,1 г 2,4-динитрофенола в 20 $см^3$ этилового спирта и добавляют 80 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят раствор в холодильнике не более 3 мес. (до помутнения).

10.1.8 Раствор аммиака (1:1)

К 250 $см^3$ дистиллированной воды приливают 250 $см^3$ концентрированного раствора аммиака и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке.

10.1.9 Раствор тиосульфата натрия, 12 г/$дм^3$

Растворяют 1,2 г тиосульфата натрия в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят раствор в темной склянке не более 3 мес.

10.1.10 Раствор гидроксида натрия, 10 %-ный

Растворяют 25 г гидроксида натрия в 225 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде с плотно завинчивающейся пробкой.

10.1.11 Раствор соляной кислоты, 5 %-ный

К 360 $см^3$ дистиллированной воды приливают 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и перемешивают.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с массовой концентрацией ортофосфатов 0,500 мг/$см^3$, что в пересчете на фосфор составляет 0,1631 мг/$см^3$.

Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую пробирку. Для приготовления градуировочного раствора № 1 отбирают 4,90 $см^3$ образца с помощью чистой сухой градуированной пипетки вместимостью 5 $см^3$ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой и

перемешивают. Массовая концентрация фосфора в градуировочном растворе № 1 составит 7,99 мг/дм^3 (если концентрация фосфат-ионов в ГСО не равна точно 0,500 мг/см^3, рассчитывают массовую концентрацию фосфора в градуировочном растворе № 1 в соответствии с концентрацией конкретного образца). Раствор хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 2-х недель.

Для приготовления градуировочного раствора № 2 пипеткой с одной отметкой отбирают 25 см^3 градуировочного раствора № 1, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация фосфора в градуировочном растворе № 2 составит 1,00 мг/дм^3. Раствор хранению не подлежит.

10.2.2 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор, приготовленный из дигидрофосфата калия. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.3 Установление градуировочной зависимости

Для приготовления образцов для градуировки в мерные колбы вместимостью 50 см^3 градуированными пипетками вместимостью 1, 5 и 10 см^3 вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией фосфора 1,00 мг/дм^3, доводят объём растворов до меток дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовые концентрации фосфора в полученных образцах равны соответственно 0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,120; 0,160; 0,200 мг/дм^3. Содержимое каждой колбы полностью переносят в сухие конические или плоскодонные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 смешанного реактива и перемешивают. Через 10 -15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 882 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами - при 670-750 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см относительно дистиллированной воды. Величину оптической плотности холостого опыта (раствора, не содержащего фосфор) вычитают из оптической плотности градуировочных растворов, содержащих фосфор.

Градуировочную зависимость оптической плотности от массовой концентрации фосфора рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают один раз в год, а также при замене измерительного прибора.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении нового раствора молибдата аммония. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.3 (не менее 3 образцов). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X\text{-}C| \le \sigma_R, \qquad (1)$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации фосфора в образце, мг/дм^3;

C - приписанное значение массовой концентрации фосфора в образце, мг/дм^3;

σ_R - показатель воспроизводимости для концентрации C, мг/дм^3 (таблица 2).

Если условие стабильности не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.4.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации фосфора в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак,

это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

10.5 Подготовка посуды для определения фосфора

Посуду, используемую для определения соединений фосфора, периодически обрабатывают горячим 5 %-ным раствором соляной кислоты, после чего посуду тщательно промывают дистиллированной водой. Новую посуду или посуду после анализа сильно загрязненных проб заливают на несколько часов концентрированной серной кислотой, затем промывают водой. Синий налет на стенках колб можно устранить промыванием 10 %-ным раствором щелочи.

Использовать посуду для других определений не рекомендуется.

11 Выполнение измерений

Отмеривают пипеткой вместимостью 25 $см^3$ две аликвоты отфильтрованной (при определении массовой концентрации растворенного фосфора) или тщательно перемешанной нефильтрованной (при определении валового содержания фосфора) анализируемой воды и помещают их в термостойкие пробирки или колбы (см. 4.1.11). При анализе нефильтрованных проб, содержащих значительное количество взвешенных веществ, допускается отмеривать пробу мерным цилиндром вместимостью 25 $см^3$. Добавляют к каждой аликвоте (0,6 ± 0,1) г персульфата калия и 0,5 $см^3$ 34 %-ного раствора серной кислоты, закрывают пробкой-холодильником или часовым стеклом и помещают в кипящую водяную баню на 1 ч. Одновременно проводят холостой опыт, для чего в две пробирки (колбы) помещают по 25 $см^3$ дистиллированной воды и прибавляют те же реактивы, что и к пробе. В течение рабочего дня достаточно выполнить холостой опыт один раз, если используются одни и те же растворы реактивов.

Если анализируется отфильтрованная проба, после кипячения содержимое пробирок переносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ через воронки диаметром 25-36 мм. Пробирки дважды ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды, помещая промывную

воду в те же мерные колбы. Добавляют в колбы 0,5 см^3 раствора 2,4-динитрофенола и по каплям раствор аммиака (1:1) до появления желтой окраски (следует избегать избытка аммиака!!!). Затем раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

При анализе нефильтрованной пробы нейтрализацию проб проводят в тех же пробирках (колбах), в которых пробы кипятились, предварительно охладив их. После этого пробы фильтруют через фильтр «белая лента», промытый горячей дистиллированной водой, в мерные колбы вместимостью 50 см^3, ополаскивают пробирки и фильтр небольшим количеством дистиллированной воды, собирая промывные воды в те же колбы. Доводят раствор в мерной колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Переносят растворы из мерных колб полностью в сухие конические или плоскодонные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 смешанного реактива и перемешивают. Через 10 -15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 882 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами - при 670-750 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см относительно дистиллированной воды. Среднее значение оптической плотности холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

В том случае, когда имеется предположение, что содержание общего фосфора может превысить 0,4 мг/дм^3, следует отобрать из мерной колбы пипеткой 25 см^3 раствора, перенести в сухую коническую колбу и добавить 5 см^3 смешанного реактива. Если полученная при этом оптическая плотность превышает оптическую плотность, соответствующую последней точке градуировочной зависимости, необходимо повторить измерение оптической плотности пробы, предварительно разбавив ее. Для этого из оставшейся части пробы отбирают пипеткой 10-20 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и определяют ортофосфаты, как обычно. Если и в этом случае оптическая плотность пробы выйдет за пределы градуировочной зависимости, повторяют определение, используя для окисления аликвоту анализируемой воды объемом 1- 5 см^3, разбавленную до 25 см^3 дистиллированной водой.

Для устранения мешающего влияния мышьяка при концентрации

последнего более 100 мкг/дм^3, его восстанавливают, добавляя к 50 см^3 пробы 1 см^3 раствора тиосульфата натрия, выдерживают 10 мин, затем добавляют смешанный реактив. Измерение оптической плотности следует в этом случае проводить через 10-11 мин после добавления реактива (не позже !!!).

Влияние хрома при концентрации его более 4 мг/дм^3 устраняют, добавляя 5 капель раствора аскорбиновой кислоты на 50 см^3 пробы и выдерживая 5 мин, после чего добавляют смешанный реактив. Если к пробе добавляли тиосульфат натрия, то проводить дополнительно устранение влияния хрома не следует.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию общего фосфора в анализируемой пробе воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X=\frac{C\cdot 50\eta}{V}, \qquad (2)$$

где C - концентрация фосфора, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

V - объем аликвоты исходной пробы воды, взятый для анализа, см^3;

η - степень разбавления пробы после минерализации.

12.2 Расчет массовой концентрации фосфора органического

Массовую концентрацию фосфора органического $X_{фо}$, мг/дм^3, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{фо} = X - X_{фм}, \qquad (3)$$

где X - массовая концентрация фосфора общего, мг/дм^3;

$X_{фм}$ – массовая концентрация фосфора минерального, мг/дм^3.

12.3 Результат измерений массовой концентрации фосфора общего в документах, предусматривающих его использование, представляют в

виде

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

где $\bar{X}$ - среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости r (2,77 σ_r). Значения σ_r приведены в таблице 2. При превышении предела повторяемости следует поступать в соответствии с 13.2 ;

$\pm \Delta$ - границы характеристики погрешности измерений данной массовой концентрации фосфора общего, мг/дм^3 (таблица 2).

Погрешность расчета массовой концентрации фосфора органического $\Delta_{ф\,о}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$\Delta_{ф\,о} = X_{ф\,о} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta}{X}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{ф\,м}}{X_{ф\,м}}\right)^2}, \qquad (5)$$

где Δ - значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации фосфора общего X, мг/дм^3;

$\Delta_{ф\,м}$ - значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации фосфора минерального $X_{ф\,м}$, мг/дм^3.

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

12.4 Допустимо представлять результат в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_л \ (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (6)$$

где $\pm \Delta_л$ – границы характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3 .

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выра-

жения $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

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

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

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

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют измерение в соответствии с разделом 11.

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

$$r_к = |X_1 - X_2|, \qquad (7)$$

где X_1, X_2 – результаты контрольных измерений массовой концентрации общего фосфора, мг/дм^3.

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

$$r_п = 2{,}77\ \sigma_r , \qquad (8)$$

где σ_r - показатель повторяемости, мг/дм^3 (таблица 2).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \le r_п . \qquad (9)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (9) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля равным $3{,}6 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.2.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

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

$$К_к = \left| \bar{X}' - \bar{X} - C \right| , \qquad (10)$$

где $\bar{X}'$ – результат контрольного измерения массовой концентрации общего фосфора в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

$\bar{X}$ – результат измерения массовой концентрации общего фосфора в рабочей пробе, мг/дм^3;

С – величина добавки общего фосфора, мг/дм^3.

Для проведения процедуры используют ГСО 7241-96 состава раствора фосфора общего. При отсутствии последнего допускается использовать ГСО 7260-96 состава раствора фосфат-ионов или аттестованный раствор дигидрофосфата калия (приложение А).

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

$$K = \sqrt{(\Delta_{лX'})^2 + (\Delta_{лX})^2}, \qquad (11)$$

где $\Delta_{лX'}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации фосфора общего в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$\Delta_{лX}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации фосфора общего в рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лX'} = 0{,}84 \cdot \Delta_{X'}$ и $\Delta_{лX} = 0{,}84 \cdot \Delta_{X}$

13.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$| K_к | \leq K, \qquad (12)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

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

$$R = 2{,}77\sigma_R \,. \qquad (13)$$

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

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

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов дигидрофосфата калия АР1-Р, АР2-Р, АР3-Р для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации фосфора общего фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов дигидрофосфата калия, предназначенных для установления градуировочных характеристик и контроля точности результатов измерений массовой концентрации фосфора общего в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов дигидрофосфата калия

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора		
	АР1-Р	АР2-Р	АР3-Р
Аттестованное значение массовой концентрации фосфора, мг/дм^3	100,0	10,00	1,000
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации фосфора (Р=0,95), мг/дм^3	0,52	0,07	0,007

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

А.3.2 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 500 $см^3$ - 1 шт.
100 $см^3$ - 2 шт.

А.3.3. Пипетка с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 10 $см^3$ - 2 шт.

А.3.4. Пипетка градуированная 2 класса точности исполнения 1 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 2 $см^3$ - 1 шт.

А.3.5 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82.

А.3.6 Воронка лабораторная диаметром 56 мм.

А.3.7 Шпатель.

А.3.8 Промывалка.

А.3.9 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса140 мм или 190 мм по ГОСТ 25336-82 с безводным хлоридом кальция.

А.3.10 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Калий фосфорнокислый однозамещенный (дигидрофосфат калия) по ГОСТ 4198-75, х.ч. с содержанием основного вещества KH_2PO_4 не менее 99,5 %.

А.4.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.4.3 Хлороформ по ГОСТ 20015-88, очищенный.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов дигидрофосфата калия

А.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-Р

На аналитических весах взвешивают в бюксе с точностью до четвертого знака после запятой 0,220 г KH_2PO_4, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре 105-110 °С в течение 1 ч и охлажденного до комнатной температуры в эксикаторе над хлоридом кальция. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимо-

стью 500 см^3, растворяют в свежеперегнанной дистиллированной воде, добавляют 2 см^3 хлороформа, доводят объём раствора до метки, и перемешивают. Переносят раствор в темную склянку с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фосфора 100 мг/дм^3.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-Р

Пипеткой с одной отметкой отбирают 10 см^3 раствора АР1-Р, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки свежеперегнанной дистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в темную склянку с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фосфора 10,0 мг/дм^3.

А.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР3-Р

Пипеткой с одной отметкой отбирают 10 см^3 раствора АР2-Р, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки свежеперегнанной дистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в темную склянку с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фосфора 1,00 мг/дм^3.

А. 6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации фосфора в растворе АР1-Р C_1, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{1000 \cdot m \cdot 1000 \cdot 30{,}97}{V \cdot 136{,}09}, \qquad (А.1)$$

где m – масса навески дигидрофосфата калия, г;

30,97 - молярная масса фосфора, г/моль;

V - вместимость мерной колбы, см^3;

136,09 - молярная масса дигидрофосфата калия, г/моль.

А.6.2 Аттестованное значение массовой концентрации фосфора в растворе АР2-Р C_2, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1}{10}. \qquad (А.2)$$

А.6.3 Аттестованное значение массовой концентрации фосфора в растворе АР3-Р C_3, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_2}{10}. \qquad (А.3)$$

А.6.4 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Р Δ_1, мг/дм^3, с массовой концентрацией фосфора 100 мг/дм^3 выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_\mu}{\mu})^2 + (\frac{\Delta_m}{m})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2}, \qquad (А.4)$$

где C_1 - приписанное раствору значение массовой концентрации фосфора, мг/дм^3;

Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ;

μ - массовая доля основного вещества (KH_2PO_4) в реактиве, приписанная реактиву квалификации х.ч.;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески дигидрофосфата калия, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V - вместимость мерной колбы, см^3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР1-Р равна:

$$\Delta_1 = 100 \cdot \sqrt{(\frac{0,5}{99,5})^2 + (\frac{0,0002}{0,220})^2 + (\frac{0,40}{500})^2} = 0,52 \text{ мг/дм}^3 .$$

А.6.5 Расчет погрешности приготовления аттестованных растворов АР2-Р (Δ_2) и АР3-Р (Δ_3) с массовой концентрацией фосфора 10,0 мг/дм^3 и 1,00 мг/дм^3, соответственно, выполняют по формуле

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_k}{C_k})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_2}}{V_2})^2}, \qquad (А.5)$$

где C_i - приписанное растворам АР2-Р и АР3-Р значение массовой концентрации фосфора, мг/дм^3;

Δ_k - предел возможного значения погрешности приготовления раствора с массовой концентрацией фосфора C_k;

C_k - значение массовой концентрации фосфора, приписанное раствору, используемому для приготовления раствора АР2-Р или АР3-Р, мг/дм^3;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 - вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_2} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см^3;

V_2 - номинальный объем раствора, отбираемого пипеткой, см^3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР2-Р равна

$$\Delta_2 = 10 \cdot \sqrt{(\frac{0,52}{100})^2 + (\frac{0,2}{100})^2 + (\frac{0,04}{10})^2} = 0,069 \text{ мг/дм}^3.$$

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР3-Р равна:

$$\Delta_3 = 1,0 \cdot \sqrt{(\frac{0,069}{10})^2 + (\frac{0,2}{100})^2 + (\frac{0,04}{10})^2} = 0,0069 \text{ мг/дм}^3.$$

А.7 Требования безопасности

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

А.8 Требования к квалификации операторов

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

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения раствора, массовой концентрации фосфора, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-Р хранят не более 3 мес. при температуре от 4 °С до 8 °С. Аттестованный раствор АР2-Р хранят не более 2-х недель при температуре от 4°С до 8 °С. Аттестованный раствор АР3-Р хранению не подлежит.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

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

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

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 39.24-2005

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации фосфора общего в водах фотометрическим методом с окислением персульфатом калия.*
разработанная ГУ «*Гидрохимический институт» (ГУ ГХИ)*
и регламентированная *РД 52.24.387-2006*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 с изменениями 2002 г.
Аттестация осуществлена по результатам *экспериментальных исследований*

В результате аттестации МВИ установлено:

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измерений массовой концентрации фосфора общего X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,020 до 0,160 включ.	0,002	0,002+0,031·X	0,001+0,023·X	0,004+0,063·X
Св. 0,160 до 0,400 включ.	0,005	0,002+0,031·X	0,001+0,023·X	0,004+0,063·X

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации фосфора общего X, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности P=0,95), R, мг/дм^3
От 0,020 до 0,160 включ.	0,006	0,006+0,086·X
Св. 0,160 до 0,400 включ.	0,014	0,006+0,086·X

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

Дата выдачи свидетельства 15 февраля 2005 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru