МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОСФАТ-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТОЙ.

ПНД Ф 14.1:2.112—97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1997 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

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 № 224.01.03.035/2004 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).***

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и **"очищенных"** сточных вод для определения фосфат - ионов при массовой концентрации от 0,05 до 1 мг/дм^3 PO_4^{3-} фотометрическим методом.

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

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе сульфидов, сероводорода, хроматов, арсенатов, нитритов и железа, устраняют специальной подготовкой пробы к анализу (п.9).

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации фосфат-ионов основан на взаимодействии фосфат-ионов в кислой среде с молибдатом аммония и образованием фосфорно-молибденовой гетерополикислоты, которая восстанавливается аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяно-виннокислого калия до фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в голубой цвет. Максимум светопоглощения соответствует длине волны $\lambda = 690$ 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 0,05 до 0,50 вкл.	15	4	6
св. 0,5 до 1,0 вкл.	10	2,5	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 намерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ = 690 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 20 или 50 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

ГСО с аттестованным содержанием фосфат-ионов.

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-50(100,500,1000)-2, ГОСТ 1770.

Пипетки мерные 6(7)-1-5(10);

2-1-25(50), **ГОСТ 29227**[@].

Цилиндры 2-250;

1-100, ГОСТ 1770.

Воронки В ХС, ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2-100-18 ТХС, ГОСТ 25336.

Стаканы для взвешивания СВ, ГОСТ 25336.

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

3.3. Реактивы

Серная кислота, ГОСТ 4204.

Аммония молибдат, ГОСТ 3765.

Аскорбиновая кислота, ГОСТ 4815.

Антимонилтартрат калия, ТУ 6-09-803

Калий марганцевокислый, ГОСТ 20490.

Сульфаминовая кислота, ТУ 6-09-2391.

Комплексон III, ТУ 6-09-2391

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные, ТУ 6-09-1181.

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

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

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

7.2. Пробу анализируют в день отбора или консервируют добавлением 2-4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ воды и хранят при 3-5° С не более 3 суток.

7.3. При отборе проб составляется сопроводительный документ, в котором указывается.

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 руководством по его эксплуатации.

8.2. Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1. Приготовление раствора молибдата аммония

3 г молибдата аммония помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. В случае появления мути раствор следует отфильтровать.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли.

8.2.2. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты.

2,16 г аскорбиновой кислоты помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в холодильнике в течение 3-х недель.

8.2.3. Приготовление раствора антимонилтартрата калия.

0,34 г антимонилтартрата калия помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 500 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.2.4. Приготовление раствора серной кислоты.

В мерную колбу на 500 см^3 наливают 400 см^3 дистиллированной воды и осторожно приливают 70 см^3 концентрированной серной кислоты. После охлаждения, раствор доводят до метки дистиллированной водой.

8.2.5. Приготовление смешанного реактива.

В колбе с притертой пробкой смешивают 125 см^3 раствора серной кислоты (п 8.2.4), 50 см^3 раствора молибдата аммония (п.8.2.1), 50 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (п.8.2.2) и 25 см^3 раствора антимонилтартрата калия (п.8 2.3).

Смешанный реактив готовят непосредственно перед использованием.

[@]8.2.6. Приготовление 10%-го раствора сульфаминовой кислоты.

10 г сульфаминовой кислоты растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды[@].

8.3. Приготовление градуировочных растворов фосфат-ионов

8.3.1. Приготовление градуировочного раствора 1.

Раствор готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. В 1 см^3 раствора должно содержаться 0,01 мг фосфат-ионов.

Раствор готовят в день проведения анализа

8.3.2. Приготовление градуировочного раствора 2.

Раствор готовят соответствующим разбавлением градуировочного раствора 1. В 1 см^3 раствора должно содержаться 0,001 мг фосфат-ионов

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.4. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией фосфат-ионов 0,05-1,0 мг/дм^3. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п п.6 и 10

Состав и количество образцов для градуировки 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 фосфат-ионов.

N п/п	Массовая концентрация фосфатов-ионов в градуировочных растворах, мг/дм	Аликвотная часть растворов ($см^3$), помещенных в мерную колбу на 50 $см^3$	
		Раствор 1 с концентрацией 0,01 мг/$см^3$	Раствор 2 с концентрацией 0,001 мг/ $см^3$
		График 1 (кювета=50 мм)	
1	0,00		0,0
2	0,05		2,5
3	0,10		5,0
4	0,20	1,0	
5	0,30	1,5	
6	0,40	2,0	
7	0,50	2,5	
		График 2 (кювета=20 мм)	
1	0,00	0,0	
2	0,50	2,5	
3	0,60	3,0	
4	0,70	3,5	
5	0,80	4,0	
6	0,90	4,5	
7	1,00	5,0	

Раствор из мерной колбы переносят в коническую колбу и добавляют реактивы по п.10.

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.

8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене партий реактивов, но не реже одного раза в месяц. 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:

$$\left| X - C \right| \le 1{,}96\sigma_{R_л},$$

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

C – аттестованное значение массовой концентрации фосфат-ионов 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. Сильнокислые и сильнощелочные пробы предварительно нейтрализуют.

9.2. Определению мешают сульфиды и сероводород в концентрациях, превышающих 3 мг/дм^3 S^2. Мешающее влияние можно устранить, прибавляя несколько миллиграммов калия марганцевокислого на 100 см^3 пробы и встряхивая 1-2 мин, раствор должен оставаться розовым. После этого прибавление реактивов проводят в обратном порядке: сначала приливают раствор аскорбиновой кислоты, перемешивают, затем прибавляют смешанный реактив.

9.3. Определению мешают хроматы в концентрациях, превышающих 2 мг/дм^3 CrO_4^2. Это мешающее влияние устраняется прибавлением реактивов в обратном порядке (по п.9.2).

9.3. Определению мешают арсенаты. Их содержание определяют отдельно и вычитают из найденного содержания фосфат-ионов.

9.4. [a]**Для устранения мешающего влияния нитритов в смешанный реактив добавляют 10 см^3 10 %-го раствора сульфаминовой кислоты**[a].

9.5. Определению мешает железо $^{(3+)}$ в концентрации, превышающей 1 мг/дм^3. Для устранения мешающего влияния железа вводят эквивалентное количество комплексона III.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

К 50 см^3 пробы, профильтрованной на месте или в тот же день в лаборатории через плотный бумажный фильтр (синяя лента), или к меньшему объему, доведенному до 50 см^3 дистиллированной водой, прибавляют 5,0 см^3 смешанного реактива и через короткое время 0,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (как указано в п.9.2 в присутствии некоторых мешающих веществ реактивы приливают в обратном порядке). Смесь перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 690 нм по отношению к холостому раствору, (холостой раствор готовится на дистиллированной воде с добавлением соответствующих реактивов).

Содержание фосфат-ионов в мг/дм^3 находят по градуировочному графику.

При анализе проб воды выполняют не менее двух параллельных определений.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание фосфат-ионов (мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

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

50- объем, до которого была разбавлена проба, в 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:

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

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 0,05 до 0,50 вкл.	11
св. 0,5 до 1,0 вкл.	7

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 0,05 до 0,50 вкл.	17
св. 0,5 до 1,0 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: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$.

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 фосфат-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация фосфат-ионов 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.

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 $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | X'_{ср} - X_{ср} - C_д |$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации фосфат-ионов 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 фосфат-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля $К$ рассчитывают по формуле:

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

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

$$К_к \le К \qquad (2)$$

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 фосфат-ионов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

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

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (3)$$

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.

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 № 224.01.03.035 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации фосфат-ионов в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с восстановлением аскорбиновой 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 0.05 до 0.50 вкл.	15	4	6
св. 0.5 до 1.0 вкл.	10	2.5	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 0.05 до 0.50 вкл.	11	17
св. 0.5 до 1.0 вкл.	7	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 выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

gost.e-ecolog.ru

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский