МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»



Г.М. Цветков

августа 2002 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИД-ИОНОВ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ЛАНТАН (ЦЕРИЙ) АЛИЗАРИНКОМПЛЕКСОНОМ

ПНД Ф 14.1:2.179-02

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2002 г.
(издание 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» (ФГУ «ЦЭКА»).

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает фотометрическую методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения фторид-ионов при массовой концентрации от 0,1 до 1,0 мг/дм^3 фотометрическим методом с лантан (или церием) – ализаринкомплексоном.

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

Если массовая концентрация фторид-ионов меньше нижней границы диапазона, то пробу концентрируют упариванием.

Процедура разбавления или концентрирования пробы не должна оказывать влияние на метрологические характеристики методики.

Наибольшее мешающее влияние оказывает алюминий, который связывает фторид-ионы с образованием комплексов AlF^{2+} и AlF_2^+. Если концентрация алюминия в анализируемой пробе не превышает 1/3 концентрации фторид-ионов, его присутствием можно пренебречь. При равных концентрациях алюминия и фтора результат определения фторид-ионов получается на 20-30% заниженным.

Избавление от мешающих влияний описано в п.9 МВИ.

При выполнении измерений на уровне ПДК необходимо пользоваться другой аттестованной методикой.

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации фторид-ионов основан на взаимодействии их с лантан (или церием)-ализаринкомплексоном. При этом образуется тройной комплекс – сиренево-синее соединение, интенсивность окраски которого измеряется при длине волны 610-620 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 – Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ± δ,%
От 0.1 до 0.25 вкл.	14	20	40
Св. 0.25 до 1 вкл.	10	14	28

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 измерений

- Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ = 610-620 нм.
- Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм.
- Весы лабораторные общего назначения, например, ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
- Весы технические по ГОСТ 24104-2001.

- Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001.

- ГСО состава фторид-ионов с погрешностью аттестованного значения не более 1% при Р=0,95.

- Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

- Цилиндры или мензурки 1(3)-50, 1(3)-100 по ГОСТ 1770-74.

- Пипетки градуированные 2 кл. точности вместимостью 1, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91.

3.2 Посуда

- Стаканы химические В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336-82.

- Стаканы для взвешивания СВ по ГОСТ 25336-82.

- Полиэтиленовые бутыли для отбора проб и хранения растворов.

- Склянки из темного стекла для хранения растворов.

3.3 Реактивы и материалы

- Ализаринкомплексон по ТУ 6-09-4547-77.

- Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77.

- Натрий уксуснокислый (ацетат натрия) по ГОСТ 199-78.

- Лантан азотнокислый 6-водный по ТУ 6-09-4676-78.

- Церий азотнокислый 6-водный по ТУ 6-09-4081-75.

- Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

- Кислота уксусная (ледяная) по ГОСТ 61-75.

- Натрий фтористый по ГОСТ 4463-76.

- Ацетилацетон по ГОСТ 10259-78.

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

Примечания.

1. Допускается применять средства измерений, устройства и материалы отличные от указанных, но не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

2. Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации хч или чда.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях:

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

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

7.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".

7.2 Пробы воды отбирают в чистые полиэтиленовые бутыли предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 200 $см^3$.

7.3 Пробы не консервируют. Анализ проб должен быть произведен в течение 24 часов.

7.4 При отборе проб составляется акт отбора проб по утвержденной форме, в котором указывается:

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

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка прибора

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

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление 0,0005 моль/дм^3 раствора ализаринкомплексона

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 0,1927 г ализаринкомплексона и 50-100 см^3 дистиллированной воды. К полученной суспензии добавляют 0,1 н раствор гидроксида натрия до растворения осадка. Когда весь реактив растворится, раствор разбавляют приблизительно до 500 см^3 дистиллированной водой, прибавляют 0,25 г ацетата натрия и приливают по каплям 0,1 н раствор соляной кислоты до тех пор, пока окраска раствора не перейдет из красной в желтую - это соответствует pH≈5,0 (pH определяют по индикаторной бумажке). Затем раствор доводят до метки дистиллированной водой. Хранят раствор в склянке из темного стекла. Срок хранения 2 месяца.

8.2.2 Приготовление 0,1 н раствора гидроксида натрия

4,0 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 2 месяца.

8.2.3 Приготовление 0,1 н раствора соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 дистиллированной воды и приливают при перемешивании 8,3 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствор доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения не ограничен.

8.2.4 Приготовление 0,0005 моль/дм^3 раствора лантана азотнокислого (или церия азотнокислого)

0,2165 г лантана азотнокислого (или 0,2171 г церия азотнокислого) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения 6 месяцев.

8.2.5 Приготовление ацетатного буферного раствора, pH=4,6

105 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, приливают 100 см^3 ледяной уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 2 месяца.

8.2.6 Приготовление основного градуировочного раствора фторид-ионов с концентрацией 1 мг/см^3

Раствор готовят из ГСО с аттестованным содержанием фторид-ионов в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 1 месяц.

8.2.7 Приготовление рабочего градуировочного раствора фторид-ионов с концентрацией 0,01 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 ГСО раствора фторид-ионов и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 1 неделя.

Примечание. При отсутствии ГСО допускается приготовление рабочего градуировочного раствора фторид-ионов из фторида натрия.

0,2210 г фторида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Отбирают 10 см^3 полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 1 неделя.

8.3 Построение градуировочного графика

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

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

Номер образца	Массовая концентрация фторид-иона в градуировочных растворах, мг/дм^3	Аликвотная часть (см^3) рабочего градуировочного раствора фторид-ионов с концентрацией 0,01 мг/см^3, помещаемая в мерную колбу вместимостью 50 см^3
1	0,0	0,0
2	0,1	0,5
3	0,2	1,0
4	0,4	2,0
5	0,6	3,0
6	0,8	4,0
7	1,0	5,0

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочных графиков каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуи-

ровочных графиков по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм^3.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал, а также после ремонта или поверки прибора, при использовании новой партии реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведённых в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

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

где X - результат контрольного измерения содержания фторид-ионов в образце для градуировки, мг/дм^3;

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

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

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

Значения σ_R приведены в Таблице 1.

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

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

9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающее влияние алюминия устраняют добавлением ацетилацетона, образующего с алюминием устойчивый бесцветный комплекс. В присутствии этого реагента допустимо 10-кратное по отношению к фторид-ионам количество алюминия. Ацетилацетон добавляют в количестве 2 $см^3$ на 25 $см^3$ анализируемой пробы, содержащей от 3 до 50 мкг фторид-ионов.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают такой объем пробы, чтобы в ней содержалось от 5 до 50 мкг фторид-ионов, но не больше 35 $см^3$.

Приливают 5 $см^3$ 0,0005 моль/$дм^3$ раствора ализаринкомплексона, 1 $см^3$ ацетатного буферного раствора, 5 $см^3$ азотнокислого лантана или церия (порядок прибавления реактивов следует строго соблюдать), доливают до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 1 час в темном месте. Затем переносят окрашенный раствор в кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность при длине волны 610-620 нм. В качестве раствора сравнения используется холостая проба.

Массовую концентрацию фторид-ионов находят по градуировочному графику.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание фторид-ионов X (мг/$дм^3$) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times 50}{V}, \text{ где} \qquad (2)$$

C – массовая концентрация фторид-иона, найденная по градуировочному графику, мг/$дм^3$;

V – объем пробы, взятой для определения, $см^3$;

50 – объем мерной колбы, $см^3$.

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

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

для которых выполняется следующее условие:

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

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

Таблица 3 - значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	39
Св. 0.25 до 1 вкл.	28

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

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

Таблица 4 - значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	56
Св. 0.25 до 1 вкл.	39

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

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

где Δ - показатель точности методики.

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

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

X – результат измерений, полученный в 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 измерений (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 $К_к$ рассчитывают по формуле

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

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации фторид-ионов в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11, мг/дм^3;

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации фторид-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11, мг/дм^3;

$С_д$ - величина добавки, мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (6)$$

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

$$K_к \leq K \qquad (7)$$

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

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 $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | X_{ср} - С |, \qquad (8)$$

где $X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации фторид-ионов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11, мг/дм^3;

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

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (9)$$

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

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов 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:

$$K_к \leq K \qquad (10)$$

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

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа 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

№ 223.1.1.03.17/2007

Методика выполнения измерений массовой концентрации фторид-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с лантан (или церием) – ализаринкомплексоном,

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 С.В. Медведевских

Зав.лабораторией М.Г. Терентьев

Дата выдачи: 12.04.2007 г.

Срок действия: 12.04.2012 г.

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

Приложение к свидетельству № 223.1.1.03.17/2007
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации фторид-ионов в природных и сточных водах
фотометрическим методом с лантан (или церием) – ализаринкомплексоном

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$,%
От 0.1 до 0.25 вкл.	14	20	40
Св. 0.25 до 1 вкл.	10	14	28

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	39	56
Св. 0.25 до 1 вкл.	28	39

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