МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
_____ В.Ф.Костин
_____ 1995 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРАТ-ИОНОВ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С САЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

ПНД Ф 14.1:2.4-95

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1995 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику

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

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.012/2004 в МВИ внесены изменения. ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004.)***

Методика предназначена для выполнения измерений массовой концентрации нитрат-ионов в диапазоне 0,1-10,0 мг/дм^3 в природных и сточных водах фотометрическим методом.

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

Мешающие влияния, обусловленные присутствием взвешенных, окрашенных органических веществ, хлоридов в количествах, превышающих 200 мг/дм^3, нитритов при содержании свыше 2,0 мг/дм^3, железа в концентрациях более 5,0 мг/дм^3, устраняются специальной подготовкой пробы (см. п. 7.4).

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации нитрат-иона основан на взаимодействии нитрат-ионов с салициловой кислотой с образованием желтого комплексного соединения.

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 точности, повторяемости и 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, %
Природные воды			
от 0,1 до 3,0 вкл.	18	5	7
св. 3,0 до 10,0 вкл.	12	3	5
Сточные воды			
от 0,1 до 1,0 вкл.	35	9	13
св. 1,0 до 3,0 вкл.	30	8	12
св. 3,0 до 10,0 вкл.	23	7	9

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, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющие измерять светопоглощение при значениях λ=410 нм.

ГСО с аттестованным содержанием нитрат-ионов

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего слоя **20 мм.**

Весы лабораторные, 2 кл. точности ГОСТ 24104.

Колбы мерные наливные 2-50-2

2-100-2

2-1000-2 ГОСТ 1770.

Пипетки 4(5)-2-1

4(5)-2-2

6(7)-2-5

6(7)-2-10 **ГОСТ 29227**[@].

Стаканчики для взвешивания СВ **ГОСТ 25336.**

Стаканы термостойкие В-1-1000

В-1-100, ТС, ГОСТ 25336.

Пробирки колориметрические П-2-10-0,1 ХС ГОСТ 1770.

3.2 Вспомогательное оборудование, материалы

Сушильный шкаф электрический ОСТ 16.0.801.397.

Баня водяная ТУ 10-23-103.

Чашки выпарительные фарфоровые ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные ТУ 6-09-1678

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

3.3 Реактивы

Калий азотнокислый ГОСТ 4217.

Калий двухромовокислый ГОСТ 4220.

Квасцы алюмоаммонийные ГОСТ 4238.

Квасцы алюмокалиевые ГОСТ 4329.

Активированный уголь БАУ-Э, ТУ 6-16-3075.

Аммиак водный ГОСТ 3760.

Аммоний сернокислый ГОСТ 3769.

Спирт этиловый ГОСТ 18300.

Салициловая кислота ГОСТ 624.

Натрий салициловокислый ГОСТ 17628[@].

Серная кислота ГОСТ 4204.

Натрия гидроокись ГОСТ 4328.

Калий-натрий виннокислый 4-водный (Сегнетова соль) ГОСТ 5845.

Серебро сернокислое ТУ 6-09-3703.

Вода дистиллированная ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч или ч.д.а и не содержать примесей нитрат-ионов.

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 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 и спектрофотометрического анализов, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;

относительная влажность (80±5)%;

атмосферное давление (84-106) кПа (630-800 мм.рт.ст);

частота переменного тока (50±1) Гц;

напряжение в сети (220±10) В.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1. Подготовка посуды для отбора проб

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, хромовой смесью, опять водопроводной водой, а затем 3-4 раза дистиллированной водой.

7.2. Отбор и хранение проб воды

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

Пробы воды (объем не менее 200 $см^3$) отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой

Если определение нитратов производят в день отбора пробы, то консервирование не требуется.

Если проба не будет проанализирована в день отбора, то ее консервируют добавлением концентрированной серной кислоты (на 1 $дм^3$ воды - 1 $см^3$ H_2SO_4 конц.). Консервированная проба может храниться не более 2 суток при температуре (3-4)°С.

Проба воды не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в тару, обеспечивающую сохранность и предохраняющую от резких перепа-

дов температуры. При отборе проб составляют сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывают:

-цель анализа, предполагаемые загрязнители;

-место, время отбора;

-номер пробы;

-должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

7.3. Подготовка прибора к работе

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

7.4. Освобождение от мешающих влияний

Факторы пробы	Устранение
1. Взвешенные, окрашен. органические вещества. Железо(>5 мг/дм^3)	К 150 см^3 пробы добавить 3 см^3 гидроксида алюминия, пробу перемешивают, дают отстояться и фильтруют через фильтр "белая лента", отбрасывая первую порцию фильтрата.
2. Хлориды, (>200 мг/дм^3)	В ходе анализа добавляют сернокислое серебро в количестве, эквивалентном содержанию хлорид-иона. Осадок хлорида серебра отфильтровывают через фильтр "белая лента".
3. Нитраты, (>2 мг/дм^3)	К 20 см^3 пробы добавляют 0,05 г сернокислого аммония и упаривают досуха на водяной бане, доводят до первоначального объема дистиллированной водой.

7.5. Приготовление растворов

Основной раствор нитрат-ионов.

Навеску (0,1631 г) калия азотнокислого, предварительно высушенного при 105°С, помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

1 см^3 содержит 0,1 мг нитрат-ионов. Раствор устойчив в течение 3 мес.

При наличии ГСО: раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

1 см^3 раствора должен содержать 0,1 мг нитрат-ионов.

Рабочий раствор нитрат-ионов.

10,0 см^3 основного раствора нитрат-ионов переносят в мерную колбу на 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

1 см^3 раствора содержит 0,01 мг нитрат-ионов. Раствор готовят в день проведения анализа.

Раствор гидроксида натрия и сегнетовой соли.

400 г гидроксида натрия и 60 г сегнетовой соли помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 **[@]и доводят до метки дистиллированной водой[@].**

Раствор салициловой кислоты (о-гидроксибензойной).

Навеску (1,0 г) салициловой кислоты помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 50 см^3 этилового спирта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым спиртом. Раствор готовят в день использования.

Натрий салицилово-кислый, 0,5 % -ный раствор.

Навеску (0,5 г) натрия салицилово-кислого растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор готовят в день использования[@].

Суспензия гидроксида алюминия.

125 г алюмоаммонийных или алюмокалиевых квасцов растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды, раствор нагревают до 60°С и медленно при непрерывном перемешивании прибавляют 55 см^3 концентрированного раствора аммиака. Дают смеси отстояться около 1 часа, фильтруют и промывают осадок гидроксида алюминия многократной декантацией дистиллированной водой до полного удаления свободного аммиака.

7.6. Приготовление градуировочных растворов

В ряд колориметрических пробирок на 10 см^3 отбирают последовательно пипеткой 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0 см^3 рабочего раствора нитрат-иона (0,01мг/см^3) и доводят дистиллированной водой до метки. [ФГ] **Содержание нитрат-ионов в растворах соответственно равно 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0 мг/дм^3** [ФГ].

Растворы переносят в фарфоровые чашки, добавляют 2 см^3 раствора салициловой кислоты (*или 2 см^3 раствора натрия салицилового кислого*) и выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток смешивают с 2 см^3 серной кислоты и оставляют на 10 мин. Затем содержимое чашки разбавляют 10-15 см^3 дистиллированной воды, приливают приблизительно 15 см^3 раствора гидроксида натрия и сегнетовой соли, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, смывая стенки чашки дистиллированной водой, охлаждают колбу в холодной воде до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки и полученный окрашенный раствор сразу фотометрируют при λ= 410 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм. Одновременно с обработкой градуировочных растворов проводят "холостой опыт" с дистиллированной водой, который используют в качестве раствора сравнения.

Градуировочный график строят методом наименьших квадратов в координатах: А- оптическая плотность; С- концентрация нитрат-ионов в градуировочном растворе (мг/дм^3).

7.7. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал или при смене партий реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в п.7.6).

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

$$| X - C | \le 1{,}96\sigma_{R_л},$$

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

C – аттестованное значение массовой концентрации нитрат-ионов;

$\sigma_{R_л}$ – 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.

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Пробу объемом 150 см^3 обрабатывают как указано в п.7.4. Для анализа используют фильтрат. Его объем может составлять 5,0-10 см^3 в зависимости от концентрации нитрат-ионов в воде. Далее поступают, как описано в пункте 7.6. При анализе пробы воды выполняют не менее двух параллельных определений.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Содержание нитрат-ионов, X, мг/дм^3 вычисляют по формуле:

$$X = C \cdot K \qquad K = 0{,}01\,дм^3/V\,дм^3,$$

где C - содержание нитрат-ионов, найденное по графику, мг/дм^3;

V -объем исследуемой пробы, взятой на анализ, дм^3.

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

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

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

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2

Таблица 2

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, %
Природная вода	
от 0,1 до 3,0 вкл.	14
св. 3,0 до 10,0 вкл.	8
Сточные воды	
от 0,1 до 1,0 вкл.	25
св. 1,0 до 3,0 вкл	22
св.3,0 до 10,0 вкл	20

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 междурезультатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
Природная вода	
от 0,1 до 3,0 вкл.	20
св. 3,0 до 10,0 вкл.	14
Сточная вода	
от 0,1 до 1,0 вкл.	36
св. 1,0 до 3,0 вкл	34
св.3,0 до 10,0 вкл.	25

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

10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

10.1 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).

10.2 В том случае, если массовая концентрация нитрат-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация нитрат-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.

11. 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).

11.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации нитрат-ионов в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9.

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации нитрат-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации нитрат-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: $\Delta_л = 0.84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

11.2 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·

500920

$$K_к = \left| C_{ср} - C \right|$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации нитрат-ионов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 9,

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

$$K_к \leq K \qquad (3)$$

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

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

Приложение (рекомендуемое)

Форма записи результатов анализа

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

1

2

среднее.

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 № 224.01.03.012 / 2004
CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации нитрат-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с салициловой 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, %
Природные воды			
от 0.1 до 3.0 вкл.	18	5	7
св. 3.0 до 10.0 вкл.	12	3	5
Сточные воды			
от 0.1 до 1.0 вкл.	35	9	13
св. 1.0 до 3.0 вкл.	30	8	12
св. 3.0 до 10.0 вкл.	23	7	9

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, %
Природные воды		
от 0.1 до 3.0 вкл.	14	20
св. 3.0 до 10.0 вкл	8	14
Сточные воды		
от 0 1 до 1.0 вкл.	25	36
св. 1.0 до 3.0 вкл.	22	34
св. 3.0 до 10.0 вкл.	20	25

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилаборатории прецизионности, погрешности).
Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику в полнения измерений.
Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Рук водстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 22.12.2004 г.

Зам. директора по научной работе

gost.e-ecolog.ru