МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИД-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

ПНД Ф 14.1:2.111—97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1997г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.02.034/2004 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).***

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает титриметрическую методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения хлорид-ионов при массовой концентрации от 10 до 100 мг/дм^3 меркуриметрическим методом.

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

Если массовая концентрация хлорид-ионов в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование выпариванием.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием сульфит-, тиосульфат-, сульфид-, роданид-, цианид-ионов, железа и органических веществ, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п.9).

Определению мешают ионы цинка, свинца, алюминия, никеля и хрома (III) в концентрациях, превышающих 100 мг/дм^3, хромат-ионы в концентрациях выше 2 мг/дм^3, также мешают бромид- и иодид- ионы. В таких водах хлориды определяют другими методами.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Меркуриметрический метод определения массовой концентрации хлорид-ионов основан на взаимодействии хлорид-ионов с ионами ртути (II) с образованием малодиссоциированного соединения хлорида ртути

Избыток ионов ртути (II) образует с индикатором дифенилкарбазоном в кислой среде (pH = 2,5 ± 0,2) окрашенное в фиолетовый цвет комплексное соединение, при появлении которого прекращают титрование.

Резкость перехода окраски индикатора в значительной мере зависит от соблюдения правильного значения pH раствора. Точное установление pH предусмотрено в ходе определения использованием смешанного индикатора и азотной кислоты. Величину pH определяют с помощью pH-метра.

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 10 до 100 вкл.	9	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 измерений, вспомогательное оборудование

Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

pH-метр любой марки.

ГСО с аттестованным содержанием хлорид-иона.

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16.801.397.

Штатив лабораторный ШЛ, ТУ 64-1-707.

3.2. Посуда

Колбы конические КН-2-250-18 ТХС ГОСТ 25336.

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

Пипетки мерные 4(5)-2-1(2);

6(7)-2-5(10);

2(3)-2-25(50), **ГОСТ 29227**[@].

Цилиндры мерные 2-100(1000), ГОСТ 1770.

Бюретки лабораторные 6-2-2(5),

2-2-10(25,50), **ГОСТ 29251**[@].

Воронки ХС, ГОСТ 25336.

Пробирки П-1-10-0,1 ХС, ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ, ГОСТ 25336.

Склянки из темного стекла для хранения реактивов.

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

3.3. Реактивы

Ртуть (II) азотнокислая, ГОСТ 4520.

Натрия гидроксид, ГОСТ 4328.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233 или

стандарт-титр NaCl по ТУ 6-09-2540.

Натрий фосфорнокислый, ГОСТ 9397.

Азотная кислота, ГОСТ 4461.

Перекись водорода, ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный технический, ГОСТ 18300.

Дифенилкарбазон, ГОСТ 17551

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277.

Уголь активированный, ГОСТ 6217.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181.

Фильтры обеззоленные ,ТУ 6-09-1678.

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 титриметрического анализа и освоивший данную методику.

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 200 $см^3$.

7.2. Пробы обычно не консервируют, хранят при комнатной температуре. В исключительных случаях, чтобы подавить биологические процессы, добавляют 2-4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ пробы.

7.3. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер пробы;

должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Приготовление вспомогательных растворов

8.1.1. Приготовление раствора натрия хлористого.

2,9222 г хлористого натрия, предварительно высушенного при 105°С, помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Допускается приготовление раствора хлористого натрия из стандарт-титра (фиксанала).

8.1.2. Приготовление раствора азотной кислоты.

12,7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.3. Приготовление смешанного индикатора.

0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего помещают в стакан, растворяют в 5-10 $см^3$ 96%-ного этилового спирта, переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки 96%-ным этиловым спиртом.

Хранят в склянке из темного стекла в течение месяца.

ПНД Ф 14.1:2.111-97 [@] *Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.*

8.1.4. Приготовление раствора гидроксида натрия.

4,0 г гидроксида натрия помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, после охлаждения раствор переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.5. Приготовление 5%-ного раствора натрия фосфорнокислого.

5 г натрия фосфорнокислого помещают в коническую колбу и растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

8.1.6. Приготовление раствора азотнокислого серебра.

0,1699 г азотнокислого серебра помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.7. Приготовление раствора нитрата ртути (II).

8,12 г $Hg(NO_3)_2$ или 8,57 г $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ или 8,34г $Hg(NO_3)_2 \cdot 0,5\ H_2O$ помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, приливают 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, помещают в мерную колбу на 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.2. Установление точной концентрации раствора нитрата ртути.

8.2.1. Установить точную концентрацию раствора нитрата ртути можно, определив коэффициент поправки к концентрации раствора. Коэффициент поправки определяют по ГОСТ 25794.3.

8.2.2. Установление точной концентрации раствора нитрата ртути по раствору хлористого натрия.

В коническую колбу для титрования наливают 90 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 10 $см^3$ раствора хлористого натрия (приготовленного по п.8.1.1.), перемешивают, добавляют 0,3 $см^3$ смешанного индикатора, вводят по каплям раствор азотной кислоты до перехода окраски от синей к желтой, дополнительно приливают 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (для установления pH=2,5) и титруют раствором нитрата ртути (II) до изменения желтой окраски на фиолетовую.

Для точного определения концентрации раствора нитрата ртути необходимо провести три параллельных определения. Расчет концентрации нитрата ртути приведен в п.11.1.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. При наличии мути и окраски, мешающих определению, пробу встряхивают с активированным углем (на 100 $см^3$ пробы добавляют 0,5 г активированного угля). Уголь не должен содержать хлоридов, что устанавливается холостым опытом с дистиллированной водой. После обесцвечивания пробы ее фильтруют через плотный бумажный фильтр ("синяя лента") и фильтр промывают дистиллированной водой.

9.2. Для устранения мешающего влияния сульфит-, тиосульфат-, сульфид-, роданид- и цианид- ионов к анализируемой пробе добавляют 3-4 $см^3$ перекиси водорода, далее раствором NaOH (п. 8.1.4) доводят до pH = 9-11 (по универсальной индикаторной бумаге) и кипятят пробу в течение 5-7 мин.

9.3. Определение хлоридов в окрашенных, сильно загрязненных органическими веществами сточных водах, проводят после предварительного выпаривания вод в щелочной среде (pH=9-10) досуха. Остаток после выпаривания слегка прокаливают в течение 5 мин. при температуре 300°С и растворяют горячей дистиллированной водой, приливая ее порциями.

9.4. Железо мешает в концентрациях, превышающих 10 $мг/дм^3$, его связывают добавлением нескольких капель 5%-ного раствора натрия фосфорнокислого.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Предварительное измерение

Для правильного выбора аликвотной части перед началом анализа проводят качественное определение массовой концентрации хлорид-ионов.

501128

Аликвотную часть анализируемой пробы объемом 5 $см^3$ помещают в пробирку вместимостью 10 $см^3$, подкисляют 1-2 каплями раствора азотной кислоты, прибавляют 3-5 капель раствора азотнокислого серебра и взбалтывают. По количеству осадка устанавливают аликвотную часть пробы, необходимую для проведения анализа согласно таблице 2.

Таблица 2

Характеристика осадка	Объем аликвотной части пробы, $см^3$
Большой хлопьевидный осадок	1-5
Сильная муть	10
Слабая муть	20-50
Опалесценция	50-100

10.2. Основное измерение

Отмеряют достаточный для измерения объем профильтрованной и обработанной при необходимости по п.9 анализируемой воды, переносят в коническую колбу для титрования, доводят, если необходимо, объем до 100 $см^3$ дистиллированной водой, добавляют 0,3 $см^3$ смешанного индикатора. Если анализируемый раствор окрашивается в желтый цвет, то добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до перехода желтой окраски в синюю, затем вводят по каплям раствор азотной кислоты до желтого окрашивания раствора, дополнительно приливают 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (анализируемый раствор должен иметь pH=2,5±0,2) и титруют раствором азотнокислой ртути до фиолетового окрашивания.

Если после добавления смешанного индикатора анализируемая проба окрашивается в синий цвет, то, исключив добавление раствора гидроксида натрия, добавляют по каплям раствор азотной кислоты и далее, как указано выше.

Холостое измерение проводят со 100 $см^3$ дистиллированной воды, проводя ее через весь ход анализа. При анализе проб воды выполняют не менее двух параллельных определений.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Расчет точной концентрации нитрата ртути:

$$C = \frac{0{,}05 \cdot 10}{V},$$

10 - аликвотная часть раствора NaCl, $см^3$;

С - концентрация раствора азотнокислой ртути, $мг/дм^3$;

V - объем раствора $Hg(NO_3)_2$, пошедший на титрование раствора хлористого натрия, $см^3$;

0,05 - нормальность раствора хлористого натрия.

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

$$X = \frac{(V_n - V_0) \times C \times 35{,}45 \times 1000}{V},$$

где V_n - объем раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование анализируемой пробы, $см^3$;

V_0 - объем раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование холостой пробы, $см^3$;

С - концентрация раствора азотнокислой ртути;

35,45 - молярная масса эквивалента хлорида иона;

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

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

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

501128

для которых выполняется следующее условие:

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

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

Таблица 3

Значения предела повторяемости вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 10 до 100 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 10 до 100 вкл.	11

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

ПНД Ф 14.1:2.111-97 @ Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

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

12.3. Если массовая концентрация хлорид-ионов в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование выпариванием. В этом случае одновременно с анализируемой пробой ведут контрольный анализ аттестованного раствора с содержанием хлорид-ионов или соответствующим содержанию их в исходной рабочей пробе.

Результат анализа исходной рабочей пробы признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$|X - C| < K,$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации хлорид-ионов в образце для контроля (аттестованном растворе);

C - аттестованное значение массовой концентрации хлорид-ионов в образце для контроля (аттестованном растворе);

K - норматив оперативного контроля процедуры анализа.

$K = \Delta$" - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину концентрирования пробы.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры),

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $X'_ф$ – результат анализа массовой концентрации хлорид-ионов в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

$X_ф$ – результат анализа массовой концентрации хлорид-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

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

$$K_к = | C_{ср} - C |$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации хлорид-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:

$$K_к \leq K \qquad (3)$$

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.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224
Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: ...

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTER
Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia
Fax: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: ...

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.034 / 2004
CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации хлорид-ионов в пробах природных и очищенных сточных вод меркурометрическим методом,*
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 10 до 100 вкл.	9	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 10 до 100 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.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

ФГУ «ФЦАО» ДЛЯ ДОКУМЕНТОВ г. Москва

gost.e-ecolog.ru