Аналитический центр контроля качества воды
ЗАО "РОСА"
Отдел физико-химических методов анализа
Сектор общего химического анализа

УТВЕРЖДАЮ
Зам. Генерального директора ЗАО "РОСА"
_____ А.В. Дьячков
"_____" _____ 2008 г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РАСТВОРЕННЫХ ФОРМ КРЕМНИЯ В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ВИДЕ СИНЕЙ ФОРМЫ МОЛИБДОКРЕМНЕВОЙ КИСЛОТЫ

НДП 10.1:2:3.100-08

Москва 2008 г.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации суммарных растворенных форм кремния (силикаты и кремниевая кислота) в питьевых, природных и сточных водах в диапазоне от 0,05 до 50 мг/дм^3 фотометрическим методом. При массовой концентрации кремния свыше 1,0 мг/дм^3 требуется предварительное разбавление пробы.

Определению мешают мутность и фосфаты. Влияние последних устраняют в ходе анализа добавлением раствора щавелевой или винной кислоты. Мутность устраняют предварительным фильтрованием пробы через фильтр «синяя лента» или мембранный фильтр.

1. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации кремния с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

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 при n = 1), σ_R, %	**Показатель воспроизводимости** (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n = 2), $\sigma_{R\bar{x}}$, %	**Показатель точности *** (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95 и n = 1), ± δ, %	**Показатель точности *** (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95 и n = 2) ± δx, %
от 0,05 до 0,1 вкл.	**13**	**18,5**	**16**	**37**	**32**
св. 0,1 до 1 вкл.	**8**	**12**	**10,5**	**24**	**21**
св. 1 до 50 вкл.	**5**	**7**	**6**	**14**	**12**

Примечание: n- количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений.

* - соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата, k =2

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,0001 г.
- Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора кремния.
- Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227, 2 класс точности.
- Пипетки с одной меткой вместимостью 5, 10, 25 см^3 по ГОСТ 29169, 2 класс точности.
- Стаканы вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.
- Стаканы пластиковые вместимостью 500 и 1000 см^3.

- Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 815 нм и снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя 10 мм.
- Цилиндры мерные вместимостью 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Воронка фильтрующая (фильтр Шотта) ВФ -1-40(60)-ПОР 100 ТХС по ГОСТ 25336.
- Флаконы пластиковые вместимостью 250, 500 и 1000 $см^3$ (для хранения растворов реактивов и стандартных образцов).
- Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре 2 – 10 °С.

Допускается использование других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных и вспомогательных устройств с техническими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

2.2 Реактивы и материалы

- 4-(метиламино)фенол сульфат, (метол), например, производства фирмы Merck, кат. номер 1.07299.
- Аммоний молибденовокислый (молибдат аммония), тетрагидрат, ч.д.а., по ГОСТ 3765.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).
- Кислота винная, ч.д.а. по ГОСТ 5817.
- Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.
- Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный, ч.д.а, по ГОСТ 195.
- Бумажные фильтры “синяя лента” по ТУ 6-09-1678.
- Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (например, производства фирмы Владипор или Миллипор).

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации и материалы с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных или импортные аналоги.

3. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод определения массовой концентрации кремния основан на взаимодействии его соединений с молибдатом аммония в кислой среде с образованием молибдокремневой гетерополикислоты, восстановленная форма которой окрашена в синий цвет. Оптическую плотность образовавшегося соединения измеряют на спектрофотометре (фотоэлектроколориметре) при длине волны 815 нм.

Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

4.2. При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с 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

К выполнению измерений допускают химика-аналитика, владеющего техникой фотометрического анализа и изучившего правила эксплуатации используемого оборудования.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20 – 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
частота переменного тока	(50 ± 1) Гц
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

7.1. Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 «Вода. Общие требования к отбору проб» и ГОСТ 51953 «Вода питьевая. Отбор проб» в полиэтиленовые флаконы. Объём отбираемой пробы должен быть не менее 100 см^3.

7.2. Пробу следует анализировать в день отбора. Допускается хранение пробы при температуре 2 – 10 °С не более 5 суток с момента отбора.

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

- цель анализа;
- место, дата и время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

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

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление 5 % раствора молибдата аммония

5,0 ± 0,1 г молибдата аммония растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды. При необходимости раствор можно слегка подогреть и после охлаждения отфильтровать через фильтр Шотта. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде при комнатной температуре 1 месяц.

8.2.2. Приготовление 10 % раствора винной кислоты

10,0 ± 0,1 г винной кислоты растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды. Раствор фильтруют через фильтр Шотта. Хранят в полиэтиленовой посуде при комнатной температуре 1 месяц.

8.2.3. Приготовление раствора-восстановителя (метол-сульфитная смесь)

13,0 ± 0,1 г сульфита натрия и 20,0 ± 0,1 г метола помещают в пластиковый стакан или мензурку вместимостью 1000 см^3. Добавляют 1000 см^3 дистиллированной воды и растворяют при перемешивании и небольшом нагреве на магнитной мешалке. После полного растворения веществ раствор фильтруют через фильтр Шотта. Раствор хранят в пластиковом флаконе при температуре 2 – 10 °С не более 14 дней.

8.2.4. Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм^3

К 58,0 см^3 дистиллированной воды приливают 42,0 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ = 1,18 г/см^3). Раствор хранят в полиэтиленовой посуде при комнатной температуре. Срок хранения не ограничен.

8.2.5. Приготовление раствора кремния с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

5,00 см^3 раствора ГСО кремния с массовой концентрацией 1 мг/см^3 из ампулы пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в пластиковом флаконе. Срок хранения раствора 3 месяца при температуре 2 – 10 °С.

8.3. Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики в мерные колбы вместимостью 50 см^3 пипетками вносят 0 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 2,00 – 3,00 – 4,00 – 5,00 см^3 раствора кремния с массовой концентрацией 10 мг/дм^3. Далее в каждую колбу прибавляют 10 – 15 см^3 дистиллированной воды, 1,0 см^3 раствора соляной кислоты (по п. 8.2.4) и 2,5 см^3 раствора молибдата аммония. Содержимое перемешивают и оставляют на 15-20 минут. Прибавляют 2,5 см^3 раствора винной кислоты, перемешивают и через 2 минуты приливают 10 см^3 восстановительной метол-сульфитной смеси. Объем растворов доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. Массовая концентрация кремния в полученных растворах составляет соответственно 0 – 0,05 – 0,10 – 0,20 – 0,40 – 0,60 – 0,80 – 1,00 мг/дм^3 .

Через 10 минут измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 815 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно холостой пробы. В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов (1-ый градуировочный раствор)

По полученным результатам строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность — концентрация кремния (мг/дм^3).

Градуировочную характеристику устанавливают заново при смене партии любого из реактивов, после ремонта или юстировки фотоколориметра, но не реже, чем 1 раз в 3 месяца.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение концентрации градуировочного раствора отличается от аттестованного значения не более чем на 14 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо провести повторное измерение для этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее двух других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата градуировочную характеристику устанавливают заново.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 5,00 см^3 или больший объём (но не более 25 см^3) пробы, предварительно профильтрованной через фильтр «синяя лента» или мембранный фильтр, и 10 – 15 см^3 дистиллированной воды, далее прибавляют реактивы также, как в п. 8.3. Объём раствора доводят до метки дистиллированной водой, раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 815 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно холостой пробы. Окрашенный раствор устойчив в течение 12 часов при хранении в темноте.

Если оптическая плотность пробы выше значения оптической плотности наибольшего градуировочного раствора, отбирают меньший объём пробы, но не более 25 см^3.

Если проба окрашена или опалесцирует, то измеряют оптическую плотность фона пробы. Для этого в мерную колбу вносят такой же объем пробы (5,00 см^3 или более), что и при проведении анализа, доводят объём в колбе дистиллированной водой до метки (не прибавляя реактивы) и измеряют оптическую плотность растворов в тех же условиях что и для пробы.

Значение оптической плотности анализируемой пробы рассчитывают как разность между значениями оптической плотности пробы с реактивами и без реактивов

10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию кремния в пробе (X, мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = A_{гг} \cdot K_р$$

где: $A_{гг}$ – массовая концентрация кремния, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3 ;
$K_р$ – коэффициент предварительного разбавления пробы (при анализе 25 см^3 пробы $K_р = 2$).

За результат анализа принимают единичный результата измерения.

Примечание 1: При необходимости выдачи результата анализа в мг/дм^3 SiO_2, его рассчитывают по формуле:

$$X_{SiO2} = X \cdot 2{,}139,$$

где X_{SiO2} – массовая концентрация кремния в мг/дм^3 SiO_2.
X – массовая концентрация кремния в мг/дм^3 Si.

Примечание 2 – В случае выполнения параллельных измерений проводят проверку приемлемости результатов измерений. Результаты измерений X_1 и X_2, полученные в условиях повторяемости признают приемлемыми, если выполняется условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости. Значения r приведены в Таблице 2.

Если условие (1) выполняется, то по значениям X_1 и X_2 рассчитывают среднее арифметическое значение, которое представляют в качестве результата измерений.

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, 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:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot R \cdot \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (2)$$

где R - предел воспроизводимости. Значения R приведены в Таблице 2.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

Таблица2

Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критической разности при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 2$) $CD_{0,95}$
от 0,05 до 0,1 вкл.	36	52	45
св. 0,1 до 1 вкл.	22	34	29
св. 1 до 50 вкл.	14	20	17

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений в протоколах анализов представляют в виде:

$X \pm \Delta$, мг/дм^3 при P = 0,95, где

$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot X$,

δ - значение характеристики погрешности (см. табл. 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при содержании от 0,05 до 1 мг/дм^3 — 0,01 мг/дм^3

при содержании свыше 1,0 мг/дм^3 — 0,1 мг/дм^3

12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль стабильности результатов измерений путем контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности;
- оперативный контроль процедуры измерений путем оценки погрешности с использованием образцов для контроля

Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

12.2. Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются пробы анализируемых по методике вод, содержание кремния в которых меньше нижней границы диапазона измерений, с введенными добавками аттестованных растворов кремния.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$К_к = |X - C|,$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации кремния в образце для контроля, мг/дм^3 ;

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

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ – характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие аттестованному значению образца контроля $\Delta_л$= 0,01 $\delta_л$C, мг/дм^3;

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$К_к \leq К \quad (3)$$

При невыполнении условия (3) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода добавок.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля $К_д$.

Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$К_к = |X' - X - C|,$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации кремния в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

X – результат контрольного измерения массовой концентрации кремния в рабочей пробе, мг/дм^3;

C – величина добавки, мг/дм^3 .

В качестве добавки используют аттестованный раствор кремния.

Норматив контроля Кд рассчитывают по формуле:

$$K_д = \sqrt{(\Delta'_{лх})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \text{ где}$$

$\Delta'_{лх}$, $\Delta_{лх}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующей массовой концентрации кремния в пробе с добавкой и в рабочей пробе, соответственно

$\Delta_{лх}$ = 0,01 $\delta_{лх}$X (X – массовая концентрация кремния в пробе, мг/дм^3);

$\Delta'_{лх}$ =0,01 $\delta_{лх}$X' (X' – массовая концентрация кремния в пробе с добавкой, мг/дм^3);

$\delta_{лх}$ ($\delta_{лх}'$) установлены в лаборатории.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

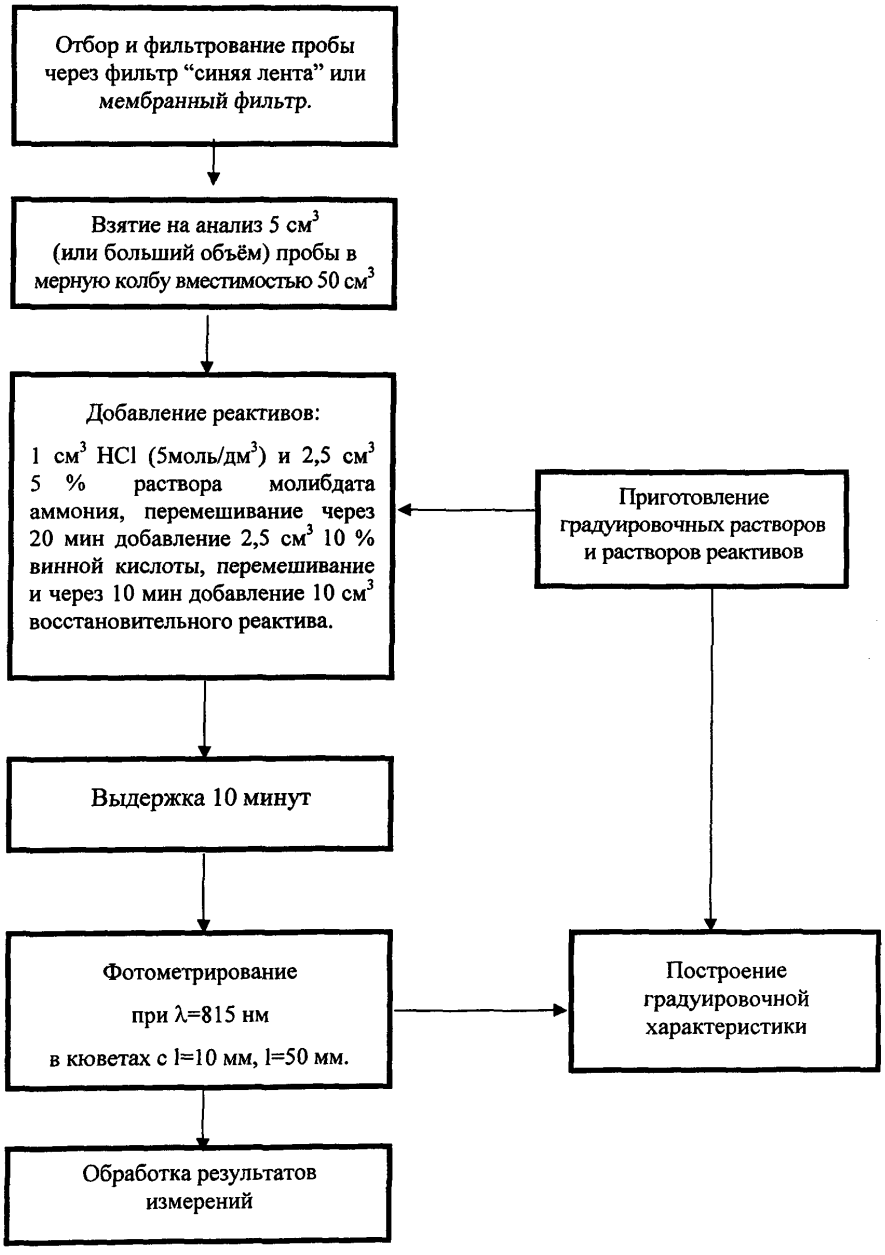
$$Кк \leq Кд \quad (4)$$

При невыполнении условия (4) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (4) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Примечание: При внедрении методики допускается рассчитывать значение характеристики относительной погрешности результатов измерений при реализации методики в лаборатории по формуле: $\delta_л = 0{,}84\delta$, где δ – показатель точности МВИ. Значения δ приведены в таблице 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

БЛОК-СХЕМА ХОДА АНАЛИЗА



2243

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.141/2008

Методика выполнения измерений массовой концентрации растворенных форм
наименование измеряемой величины; объекта
кремния в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом в виде синей
и метода измерений
формы молибдокремниевой кислоты,
разработанная Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (г. Москва).
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.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе **С.В. Медведевских**

Зав. лабораторией Г.И. Терентьев

Дата выдачи: 08.12.2008 г.

Срок действия: ----- **МП:**

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

METRON

Приложение к свидетельству № 223.1.01.03.141 / 2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации растворенных форм кремния
в питьевых, природных и сточных водах
фотометрическим методом в виде синей формы молибдокремниевой кислоты

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 при n=1), σ_R, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=2), $\sigma_{R_{\bar{X}}}$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=1), ± δ,%	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2), ± δ_x,%
от 0,05 до 0,1 включ.	13	18,5	16	37	32
св. 0,1 до 1 включ.	8	12	10,5	24	21
св. 1 до 50 включ.	5	7	6	14	12
Примечание – *n* - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений					

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критической разности 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 единичными результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях при $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$
от 0,05 до 0,1 включ.	36	52	45
св. 0,1 до 1 включ.	22	34	29
св. 1 до 50 включ.	14	20	17
Примечание - n_1 - количество результатов параллельных определений, полученных в первой лаборатории; n_2 - количество результатов параллельных определений, полученных во второй лаборатории.			

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем 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» Кочергина О.В.Кочергина

[1] Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2