

ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

ПНД Ф 14.1:2:4.191-03 «Методика выполнения измерений массовой концентрации гидразина в пробах питьевых, природных и сточных вод газохроматографическим методом»

(Внесены согласно протокола № 6 заседания НТК ФГУ «ФЦАМ МПР России от 20.07.2004 г.)

Свидетельство № 224.01.03.160/2004

1. В разделе 1 "Характеристики погрешности измерений" изменить содержание таблицы 1, используя следующие данные:

Таблица 1

Значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_w , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta_s$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta$, %
от 0,005 до 0,05 вкл.	11	15	8	30
св. 0,05 до 0,2 вкл.	9	12	7	25

2. Раздел 12 «Контроль погрешности методики КХА» заменить на раздел «Оценка приемлемости результатов измерений»:

12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (g). Значения g приведены в таблице 2.

12.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

Таблица 2

Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,005 до 0,05 вкл.	31	42
св. 0,05 до 0,2 вкл.	25	34

3. Добавить раздел 13 «Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории»:

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности погрешности и среднеквадратического отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности).

13.2. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля:

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = X - C,$$

где X – результат анализа;

C – аттестованное значение гидразина в образце для контроля.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля K по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

где $\pm \Delta_n$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

Примечание: На первом этапе допускается считать $\Delta_n = 0,84 \Delta$, где Δ – показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_n| \leq |K|,$$

процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к не-удовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.3. Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, внутрिलाбораторной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории.

2.3 Значения норматива оперативного контроля погрешности (точности) при проведении контроля методом добавок

Норматив оперативного контроля погрешности (допускаемое значение разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой - X' , пробы - X и величиной добавки - C) рассчитывают по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля ($P = 0.90$)

$$K_2 = 0.84 \sqrt{(\Delta_{X'})^2 + (\Delta_X)^2}, \text{ мг/дм}^3;$$

- при проведении внешнего контроля ($P = 0.95$)

$$K_2 = \sqrt{(\Delta_{X'})^2 + (\Delta_X)^2}, \text{ мг/дм}^3,$$

где $\Delta_X, \Delta_{X'}$ (мг/дм³) - значения характеристики погрешности (без учета знака), соответствующие массовой концентрации гидразина в пробе, пробе с добавкой, соответственно.

$\Delta_X = 0.01 \delta_X X$ (X - массовая концентрация гидразина в пробе);

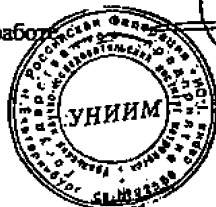
$\Delta_{X'} = 0.01 \delta_{X'} X'$ (X' - массовая концентрация гидразина в пробе с добавкой).

Значения $\delta_X, (\delta_{X'})$ приведены в разделе 1.

3 Дата выдачи свидетельства 02.11.2000 г.

Срок действия до 02.11. 2005 г.

Зам. директора по научной работе



И.Е.Добровинский