



И.П. ЦИКВ
И.В. Луценкова
2005 г.

ИЗМЕНЕНИЯ

к методике выполнения измерений массовой концентрации аммонийного азота с реактивом Несслера фотометрическим методом в сточных водах
ЦВ 2.04.49-97 «А»

В разделе 2 исключить последний абзац.

В пункт 11.1 добавить следующее:

При необходимости проверки приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости (например, по требованию заказчика или в случае анализа сложных проб) получают два результата измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в пробах сточных вод по разделу 10 в условиях повторяемости. Проверяют приемлемость результатов измерений c_1 и c_2 , сравнивая расхождение между ними с пределом повторяемости r (см. таблицу 2). Если полученное значение расхождения не превышает предела повторяемости, то за результат измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония) в пробе сточной воды принимают среднее из двух полученных значений c_1 и c_2 . В противном случае процедуру повторяют.

Пункт 12.1 изложить в следующей редакции:

12.1 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и контроля стабильности правильности рутинного анализа. Средство контроля готовят из ГСО состава водных растворов аммонийного азота (ионов аммония) и дистиллированной воды и анализируют согласно разделу 10. При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения стандартных отклонений промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота, (ионов аммония), мг/дм ³	Предел повторяемости r , мг/дм ³	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»), $\sigma_{(Г.О.Е)}$, мг/дм ³
от 0,15 до 1,2 (от 0,2 до 1,5)	0,26C	0,13C
св. 1,2 до 60 (св. 1,5 до 80)	0,09C+0,2	0,05C + 0,1
св. 60 до 120 (св. 80 до 150)	0,09C	0,05C

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе повторяют градуировку прибора, проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Периодичность проведения контроля стабильности результатов измерений устанавливают индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с документами по внутрилабораторному контролю качества результатов анализа.

Первое предложение пункта 12.2 заменить на следующее:

При внедрении методики в практику работы лаборатории проводят контроль точности результатов измерений массовой концентрации аммонийного азота (ионов аммония), используя метод добавок в пробы сточных вод, анализируемых в лаборатории.

Формулу $S_k = (1,5 + 3)C_p$ заменить на следующую $S_k = (1,5 + 2)C_p$.

Последний абзац пункта 12.2 заменить следующим:

После внедрения МВИ в практику работы лаборатории при необходимости проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят межлабораторные сравнительные испытания с использованием данной методики для оценки стандартного отклонения воспроизводимости (см. приложение А). В случае невозможности организации межлабораторных сравнительных испытаний допускается, согласно МИ 2336-2002, оценить значение стандартного отклонения воспроизводимости, σ_R , по формуле: $\sigma_R = 1,2 \cdot \sigma_{I(T,O,E)}$. Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, пункт 5.3. Сопоставление альтернативных методов измерений проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, раздел 8.