

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФГУ «Федеральный  
центр анализа и оценки  
технологического воздействия»**



**К.А. Сапрыкин**

**2007 г.**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФАТ-ИОНОВ  
В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ  
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПНД Ф 14.1:2.240-07**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА 2007 г.**

## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа (КХА) проб природных и сточных вод для определения в них сульфат-ионов гравиметрическим методом.

Диапазон определяемых концентраций от 20 до 500 мг/дм<sup>3</sup>.

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

Определению мешают силикаты (более 25 мг/дм<sup>3</sup>), ионы железа (более 10 мг/дм<sup>3</sup>), взвешенные и коллоидные вещества, гуминовые вещества, сульфиды.

Мешающие влияния устраняют предварительной обработкой пробы перед осаждением сульфат-ионов (п.9).

## 1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Гравиметрический метод определения массовой концентрации сульфат-ионов основан на их способности образовывать в слабокислой среде и в присутствии ионов бария малорастворимый осадок сульфата бария.

## 2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

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.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta$ , %
От 20 до 100 вкл.	10	13	30
Св. 100 до 200 вкл.	8	11	23
Св. 200 до 500 вкл.	7	9	18

### **3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

#### **3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы**

- Весы лабораторные общего назначения, например, ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
- Гири по ГОСТ 7328-2001.
- Шкаф сушильный типа СНОЛ.
- Печь муфельная любого типа, обеспечивающая температурный режим от 700 до 900 °С.
- Баня водяная любого типа.
- Электроплитка с регулятором нагрева и закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.
- Колбы мерные, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227-91.
- Пипетки с одной отметкой вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169-91.
- Цилиндры или мензурки, 1(3)-50, 1(3)-100, 1(3)-250 по ГОСТ 1770-74.
- Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона с погрешностью аттестованного значения не более 1% при Р=0,95.
- Стаканы химические В-1-100, В-1-250, В-1-500 по ГОСТ 25336-82.
- Колбы конические по ГОСТ 25336-82.
- Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82.
- Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.
- Тигли фарфоровые диаметром 25-35 мм по ГОСТ 9147-80.
- Стекланные палочки.
- Часовые стекла диаметром 7-10 мм.
- Капельницы по ГОСТ 25336-82.
- Эксикатор по ГОСТ 25336-82.
- Фильтры мембранные «Владипор МФА-МА», С, 44 мкм по ТУ 6-05-1903.
- Фильтр обеззоленный «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.
- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

#### **3.2 Реактивы**

- Барий хлористый дигидрат по ГОСТ 4108-72.
- Кислота хлористоводородная (соляная) по ГОСТ 3118-77.
- Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.
- Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75.

- Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.
- Метиловый оранжевый, индикатор.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.
- Кальций хлористый безводный по ТУ 6-09-4711-81 (для эксикатора).
- Раствор йода, фиксанал 0,1 н по ТУ 6-09-2540-87.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Вода бидистиллированная по ТУ 6-09-2502-77.

Все реактивы должны иметь квалификацию “хч” или “чда”.

#### **4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ**

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4.3 Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

4.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

#### **5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ**

Выполнение измерений может проводить химик-аналитик, владеющий техникой анализа, освоивший методику выполнения измерений и уложившийся в нормативы контроля точности.

#### **6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

Температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ .
Атмосферное давление	$(84-106)$ кПа.
Относительная влажность не более 80 % при температуре $25^\circ\text{C}$ .	
Напряжение в сети	$(220 \pm 22)$ В.
Частота переменного тока	$(50 \pm 1)$ Гц.

#### **7 ОТБОР ПРОБ**

7.1 Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51591-2000 “Вода. Общие требования к отбору проб” и ГОСТ 17.1.5.05-85 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков».

Пробу фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный

кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров «синяя лента». При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата следует отбросить.

7.2 Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты 1:1, затем тщательно промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

7.3 Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, подготовленные по п.7.2. Объем отбираемой пробы должен быть равен удвоенному объему, необходимому для проведения анализа.

7.4 Пробы хранят при температуре 2-5°C. Пробу анализируют в течение 7 дней после отбора проб. Если в воде присутствуют заметные количества других соединений минеральной или органической серы, определение необходимо выполнить не позднее суток после отбора проб.

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

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

## **8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

### **8.1 Приготовление растворов**

#### **8.1.1 Приготовление раствора бария хлористого с массовой долей 10%**

На аналитических весах взвешивают 12 г бария хлористого дигидрата, растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и фильтруют через фильтр синяя лента. Срок хранения 6 месяцев.

#### **8.1.2 Приготовление раствора серебра азотнокислого с массовой долей 10%**

2,50 см<sup>3</sup> нитрата серебра растворяют в 25 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и добавляют 0,25 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты.

Хранят в склянке из темного стекла до внешних изменений.

#### **8.1.3 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)**

50 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения 6 месяцев.

#### **8.1.4 Приготовление раствора соляной кислоты (1:50)**

2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты приливают к 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения 3 месяца.

### **8.1.5 Приготовление 0,5% раствора метилоранжа**

Навеску 0,25 г метилоранжа растворяют в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

### **8.1.6 Приготовление раствора аммиака с массовой долей 12%**

50 см<sup>3</sup> концентрированного аммиака вносят в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 2 месяца.

## **9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ**

9.1 Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют предварительным фильтрованием (п.7.1) или центрифугированием пробы. Для удаления гумусовых веществ пробу воды пропускают через колонку ( $d = 1,5 \div 2$  см;  $h = 25 \div 30$  см), заполненную активированным углем БАУ, со скоростью 2 см<sup>3</sup>/мин.

9.2 Для устранения мешающего влияния силикатов пробу воды требуемого объема помещают в стакан, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток нагревают в сушильном шкафу в течение 1 ч при  $t = 105^\circ\text{C}$ , смачивают 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:50, нагревают на плитке до начала кипения и добавляют 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют и промывают фильтр 10-15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:50. Доводят объем пробы до исходного дистиллированной водой и выполняют определение по п.10.

9.3 Мешающее влияние железа устраняют, осаждая его в виде гидроксида. Для этого к фильтрату, полученному после отделения силикатов (или к исходной пробе, если отделение силикатов не проводилось), прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, кипятят при слабом нагревании 5-10 мин, прибавляют раствор аммиака до щелочной реакции и помещают на водяную баню на 30 мин. Выделившиеся гидроксиды отфильтровывают, осадок на фильтре промывают небольшим количеством горячей дистиллированной воды, доводят объем фильтрата до исходного и выполняют определение по п.10.

## **10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**

Перед выполнением анализа можно провести качественное определение сульфат-ионов в исследуемой воде. Для этого берут 5 см<sup>3</sup> пробы, прибавляют 4-5 капель хлористоводородной кислоты (1:1) и 0,5 см<sup>3</sup> 10% раствора хлористого бария. По характеру выделяющейся мути и осадка судят ориентировочно о содержании сульфат-ионов и подбирают соответст-

вующие объемы проб для анализа.

Если сразу появляется слабая муть, ориентировочное содержание сульфат-ионов составляет от 10 до 100 мг/дм<sup>3</sup>. При появлении сильной быстроседающей мути ориентировочное содержание сульфат-ионов составляет от 100 до 500 мг/дм<sup>3</sup>.

Отбирают пробу воды объемом 50-250 см<sup>3</sup> в зависимости от предполагаемого содержания сульфат-ионов (см. таблицу 2)

Таблица 2

Предполагаемое содержание сульфат-ионов, мг/дм <sup>3</sup>	Объем пробы воды, см <sup>3</sup>
От 20 до 100 вкл.	250
Св. 100 до 250 вкл.	100
Св. 250 до 500 вкл.	50

Пробу воды помещают в стакан нужной вместимости, добавляют 1-2 капли раствора метилоранжа и 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1. Смесь нагревают до кипения, затем при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой прибавляют по каплям 3 см<sup>3</sup> горячего раствора хлорида бария.

Дают пробе немного отстояться и добавляют к прозрачной жидкости над осадком несколько капель раствора хлорида бария. При появлении мути вводят еще 0,2 см<sup>3</sup> раствора хлорида бария для обеспечения полноты осаждения сульфат-ионов.

Смесь перемешивают в течение 1 мин, накрывают стакан часовым стеклом, нагревают 2 ч на кипящей водяной бане и оставляют при комнатной температуре до следующего дня.

На следующий день жидкость над осадком, не взмучивая последний, фильтруют через фильтр «синяя лента», который предварительно промывают горячей дистиллированной водой и спиртом (для уплотнения).

Осадок сульфата бария 2-3 раза промывают декантацией, для чего заливают 20-30 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость над осадком осторожно сливают при помощи стеклянной палочки на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в стакане. Далее к осадку добавляют небольшое количество дистиллированной воды, взбалтывают осадок и, не давая отстояться, по палочке переносят на фильтр. Прилипшие к стенкам стакана частицы осадка снимают небольшим кусочком фильтра с помощью стеклянной палочки. Последнюю тщательно обтирают другим кусочком фильтра, оба кусочка присоединяют к осадку и обмывают палочку дистиллированной водой над фильтром с осадком.

Осадок на фильтре осторожно промывают несколько раз небольшими порциями горячей дистиллированной воды до отрицательной реакции

на наличие хлоридов. Для проверки на часовое стекло помещают несколько капель фильтрата и добавляют раствор нитрата серебра. При образовании мути промывание осадка продолжают до ее исчезновения.

Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель, высушивают, нагревая на плитке, затем обугливают в муфельной печи, стараясь, чтобы бумага не воспламенялась, и прокаливают при  $t=800^{\circ}\text{C}$  до тех пор, пока осадок не станет белым. Охлажденный в эксикаторе тигель с осадком взвешивают. Повторяют процедуру прокаливания и взвешивания до тех пор, пока разница между взвешиваниями не превысит 1 мг. Повторное прокаливание проводят в течение 40-60 мин.

## 11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию сульфат-ионов  $X$  ( $\text{мг/дм}^3$ ) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0,4115 \cdot 1000}{V}, \quad (1)$$

где:  $a$  – масса тигля с осадком, мг;

$b$  – масса тигля;

0,4115 – коэффициент пересчета с  $\text{BaSO}_4$  на  $\text{SO}_4$ ;

$V$  – объем пробы, взятой на анализ,  $\text{см}^3$ .

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

$$X_{\text{ср}} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (2)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot X_{\text{ср}}, \quad (3)$$

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

При невыполнении условия (3) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

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 3.



При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

**Таблица 3 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости и воспроизводимости при вероятности  $P=0,95$**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 20 до 100 вкл.	28	36
Св. 100 до 200 вкл.	22	31
Св. 200 до 500 вкл.	20	25

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа  $X_{cp}$  в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:  $X_{cp} \pm \Delta$ ,  $P=0,95$ ,

где  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$ . Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X_{cp} \pm \Delta$ ,  $P=0,95$ , при условии  $\Delta_n < \Delta$ , где

$X_{cp}$  - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta$  - 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).

### 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  $K_x$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_x$  рассчитывают по формуле

$$K_x = |X'_{\varphi} - X_{\varphi} - C_s|, \quad (4)$$

где  $X'_{\varphi}$  – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в пробе с известной добавкой, мг/дм<sup>3</sup> – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11.

$X_{\varphi}$  – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в исходной пробе, мг/дм<sup>3</sup> – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{s,x_{\varphi}}^2 + \Delta_{s,x_{\varphi}}^2}, \quad (5)$$

где  $\Delta_{s,x_{\varphi}}$ ,  $\Delta_{s,x_{\varphi}}$  – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации сульфат-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:  $\Delta_s = 0,84 \cdot \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \quad (6)$$

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6) 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  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = |C_{cp} - C|, \quad (7)$$

где  $C_{cp}$  – результат измерения массовой концентрации сульфат-ионов в образце для контроля, мг/дм<sup>3</sup> – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11;

$C$  – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм<sup>3</sup>.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле  $K = \Delta_+$ , где  $\pm \Delta_+$  – характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

**Примечание.** Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:  $\Delta_+ = 0,84 \cdot \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \quad (8)$$

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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



1190

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

**СВИДЕТЕЛЬСТВО**

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.01.429/2006

Методика выполнения измерений

массовой концентрации сульфат-ионов в

натуральном измеренном веществе; объекта

природных и сточных водах гравиметрическим методом,

и метода измерений

разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»,

аккредитованная организация (предприятие), 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.

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – зорактивы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе

Зав.лабораторией

Дата выдачи:

15.12.2006 г.

Срок действия:

15.12.2011 г.



Медведевских

МАНТНЕР

**Приложение к свидетельству № 223.1.01.01.429/2006  
об аттестации методики выполнения измерений  
массовой концентрации сульфат-ионов в природных и сточных водах  
гравиметрическим методом**

**1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0.95$ ), $\pm \delta$ , %
От 20 до 100 вкл.	10	13	30
Св. 100 до 200 вкл.	8	11	23
Св. 200 до 500 вкл.	7	9	18

**2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности  $P=0.95$**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	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 20 до 100 вкл.	28	36
Св. 100 до 200 вкл.	22	31
Св. 200 до 500 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 внутрिलाбораторной 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.

Старший научный сотрудник  
лаборатории 223  
ФГУП «УНИИМ»

*Позерина* О.В. Кочергина