

**МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

УТВЕРЖДАЮ

**Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды**



А.А. Соловьянов

1992 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
ФОСФАТ-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ
КИСЛОТЫ.**

ПНД Ф 14.1:2.112—97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

**Москва 1997 г.
(издание 2004 г.)**

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ.

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.035/2004 в МВИ внесены изменения (Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и ^Фочищенных^Ф сточных вод для определения фосфат-ионов при массовой концентрации от 0,05 до 1 мг/дм³ PO_4^{3-} фотометрическим методом.

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

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе сульфидов, сероводорода, хроматов, арсенатов, нитритов и железа, устраняют специальной подготовкой пробы к анализу (п.9).

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации фосфат-ионов основан на взаимодействии фосфат-ионов в кислой среде с молибдатом аммония и образованием фосфорно-молибденовой гетерополи-кислоты, которая восстанавливается аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяно-виннокислого калия до фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в голубой цвет. Максимум светопоглощения соответствует длине волны $\lambda = 690$ нм.

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 $P=0,95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_t , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %
от 0,05 до 0,50 вкл.	15	4	6
св. 0,5 до 1,0 вкл.	10	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 намерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 690$ нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 20 или 50 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

ГСО с аттестованным содержанием фосфат-ионов.

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-50(100,500,1000)-2, ГОСТ 1770.

Пипетки мерные 6(7)-1-5(10);

2-1-25(50), ГОСТ 29227^а.

Цилиндры 2-250;

1-100, ГОСТ 1770.

Воронки В ХС, ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2-100-18 ТХС, ГОСТ 25336.

Стаканы для взвешивания СВ, ГОСТ 25336.

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками для отбора и хранения проб вместимостью 500-1000 см³.

3.3. Реактивы

Серная кислота, ГОСТ 4204.

Аммония молибдат, ГОСТ 3765.

Аскорбиновая кислота, ГОСТ 4815.

Антимонилтартрат калия, ТУ 6-09-803

Калий марганцевоокислый, ГОСТ 20490.

Сульфаминовая кислота, ТУ 6-09-2391.

Комплексон III, ТУ 6-09-2391

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные, ТУ 6-09-1181.

Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181

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 фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;

атмосферное давление $(84,0-106,7)$ кПа $(630-800)$ мм рт.ст);

относительная влажность $(80 \pm 5) \%$;

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"^Ф.

7.1. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 100 см^3 .

7.2. Пробу анализируют в день отбора или консервируют добавлением 2-4 см³ хлороформа на 1 дм³ воды и хранят при 3-5°С не более 3 суток.

7.3. При отборе проб составляется сопроводительный документ, в котором указывается.

цель анализа, предполагаемые загрязнители;
место, время отбора;
номер пробы;
должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

8.2. Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1. Приготовление раствора молибдата аммония

3 г молибдата аммония помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. В случае появления муты раствор следует отфильтровать.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутылке.

8.2.2. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты.

2,16 г аскорбиновой кислоты помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в холодильнике в течение 3-х недель.

8.2.3. Приготовление раствора антимолибдатрата калия.

0,34 г антимолибдатрата калия помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 500 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.2.4. Приготовление раствора серной кислоты.

В мерную колбу на 500 см³ наливают 400 см³ дистиллированной воды и осторожно приливают 70 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения, раствор доводят до метки дистиллированной водой.

8.2.5. Приготовление смешанного реактива.

В колбе с притертой пробкой смешивают 125 см³ раствора серной кислоты (п.8.2.4), 50 см³ раствора молибдата аммония (п.8.2.1), 50 см³ раствора аскорбиновой кислоты (п.8.2.2) и 25 см³ раствора антимоинилтартрата калия (п.8.2.3).

Смешанный реактив готовят непосредственно перед использованием.

8.2.6. Приготовление 10%-го раствора сульфаминовой кислоты.

10 г сульфаминовой кислоты растворяют в 90 см³ дистиллированной воды^Ф.

8.3. Приготовление градуировочных растворов фосфат-ионов**8.3.1. Приготовление градуировочного раствора 1.**

Раствор готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой к образцу инструкции. В 1 см³ раствора должно содержаться 0,01 мг фосфат-ионов.

Раствор готовят в день проведения анализа

8.3.2. Приготовление градуировочного раствора 2.

Раствор готовят соответствующим разбавлением градуировочного раствора 1. В 1 см³ раствора должно содержаться 0,001 мг фосфат-ионов

Раствор готовят в день проведения анализа.

8.4. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией фосфат-ионов 0,05-1,0 мг/дм³. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.6 и 10

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2. Погрешность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки, не превышает 2,5%.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки при анализе фосфат-ионов.

N п/п	Массовая концентрация фосфат-ионов в градуировочных растворах, мг/дм	Аликвотная часть растворов (см ³), помещенных в мерную колбу на 50 см ³	
		Раствор 1 с концентрацией 0,01 мг/см ³	Раствор 2 с концентрацией 0,001 мг/см ³
		График 1 (кювета=50 мм)	
1	0,00		0,0
2	0,05		2,5
3	0,10		5,0
4	0,20	1,0	
5	0,30	1,5	
6	0,40	2,0	
7	0,50	2,5	
		График 2 (кювета=20 мм)	
1	0,00	0,0	
2	0,50	2,5	
3	0,60	3,0	
4	0,70	3,5	
5	0,80	4,0	
6	0,90	4,5	
7	1,00	5,0	

Раствор из мерной колбы переносят в коническую колбу и добавляют реактивы по п.10.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм³.

8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене партий реактивов, но не реже одного раза в месяц. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \leq 1,96 \sigma_{R_x},$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации фосфат-ионов в образце для градуировки;

C - аттестованное значение массовой концентрации фосфат-ионов в образце для градуировки,

σ_{R_x} - среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_x} = 0,84 \sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. Сильнокислые и сильнощелочные пробы предварительно нейтрализуют.

9.2. Определению мешают сульфиды и сероводород в концентрациях, превышающих $3 \text{ мг/дм}^3 \text{ S}^2$. Мешающее влияние можно устранить, прибавляя несколько миллиграммов калия марганцевокислого на 100 см^3 пробы и встряхивая 1-2 мин, раствор должен оставаться розовым. После этого прибавление реактивов проводят в обратном порядке: сначала приливают раствор аскорбиновой кислоты, перемешивают, затем прибавляют смешанный реактив.

9.3. Определению мешают хроматы в концентрациях, превышающих $2 \text{ мг/дм}^3 \text{ CrO}_4^{2-}$. Это мешающее влияние устраняется прибавлением реактивов в обратном порядке (по п.9.2).

9.3. Определению мешают арсенаты. Их содержание определяют отдельно и вычитают из найденного содержания фосфат-ионов.

9.4. Для устранения мешающего влияния нитритов в смешанный реактив добавляют 10 см^3 10 %-го раствора сульфаминовой кислоты⁶.

9.5. Определению мешает железо (Fe^{3+}) в концентрациях, превышающей 1 мг/дм^3 . Для устранения мешающего влияния железа вводят эквивалентное количество комплексона III.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

К 50 см^3 пробы, профильтрованной на месте или в тот же день в лаборатории через плотный бумажный фильтр (синяя лента), или к меньшему объему, доведенному до 50 см^3 дистиллированной водой, прибавляют $5,0 \text{ см}^3$ смешанного реактива и через короткое время $0,5 \text{ см}^3$ раствора аскорбиновой кислоты (как указано в п.9.2 в присутствии некоторых мешающих веществ реактивы приливают в обратном порядке). Смесь перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 690 нм по отношению к холостому раствору, (холостой раствор готовится на дистиллированной воде с добавлением соответствующих реактивов).

Содержание фосфат-ионов в мг/дм^3 находят по градуировочному графику.

При анализе проб воды выполняют не менее двух параллельных определений.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание фосфат-ионов (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C - концентрация фосфат-ионов, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

50- объем, до которого была разбавлена проба, в см³;

V- объем, взятый для анализа, см³.

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

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

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 при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
от 0,05 до 0,50 вкл.	11
св. 0,5 до 1,0 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 0,05 до 0,50 вкл.	17
св. 0,5 до 1,0 вкл.	11

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

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

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

$\pm \Delta_x$ - 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 фосфат-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация фосфат-ионов соответствовала регламентированному диапазону.

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

где $\pm \Delta'$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

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_* с нормативом контроля K

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = |X'_{cp} - X_{cp} - C_d|$$

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

X_{cp} – результат анализа массовой концентрации фосфат-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л, X'_{cp}}$, $\Delta_{л, X_{cp}}$ – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации фосфат-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 $\Delta_k = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (2)$$

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_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = \left| C_{cp} - C \right|$$

где C_{cp} – результат анализа массовой концентрации фосфат-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:

$$K = \Delta_*$$

где $\pm \Delta_*$ – 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: $\Delta_* = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (3)$$

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

Переиздание 2004 г.

ОРИГИНАЛ
№ 03419

ПНД Ф 14.1:2.112-97

Приложение (рекомендуемое)

Форма записи результатов анализа

Проба	Наименование компонента	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
			Фактическое	Допускаемое	
1	2	3	4	5	6

1.
2.
среднее.

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: papeva@unim.ru

«THE URALS RESEARCH
INSTITUTE FOR
METROLOGY» -
STATE SCIENTIFIC
METROLOGICAL CENTRE

Dept. 224, 4, Krasnoarmyskaya Str.,
620219, GSP-824, Ekaterinburg,
Russia

Факс: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: papeva@unim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.035 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации фосфат-иона в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с восстановлением аскорбиновой кислоты.

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 Р=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _п , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _в , %
от 0.05 до 0.50 вкл.	15	4	6
св. 0.5 до 1.0 вкл.	10	2.5	4

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности Р=0.95

Диапазон измерений, мг/дм ³	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 0.05 до 0.50 вкл.	11	17
св. 0.5 до 1.0 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 измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004

Зам. директора по научной работе

И.Е.Добровинский