МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С О-ФЕНАНТРОЛИНОМ

ПНД Ф 14.1:2.2-95

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1995 г.
(издание 2004 г.)

Методика предназначена для выполнения измерений массовой концентрации общего железа (0,05-2,0 мг/дм^3) в неокрашенных и слабоокрашенных сточных и природных водах фотометрическим методом.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации общего железа основан на взаимодействии ионов $Fe^{(2+)}$ с о-фенантролином с образованием красного комплекса с максимумом светопоглощения при λ = 510 нм. Восстановление $Fe^{(3+)}$ до $Fe^{(2+)}$ проводят гидроксиламином. Окраска комплекса не зависит от pH в пределах от 3 до 9 ед. pH и устойчива длительное время.

Если массовая концентрация общего железа в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация общего железа соответствовала регламентированному в табл 1 диапазону

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе меди, кобальта, хрома, цинка в количествах, превышающих в 10 раз концентрацию железа, органических веществ, нитритов, полифосфатов и др. устраняются специальной подготовкой пробы (см п 9).

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), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 0,05 до 0,10 вкл.	25	7	10
св. 0,10 до 1,00 вкл.	20	6	8
св 1,0 до 2,0 вкл.	16	5	7

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 измерения, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 510$ нм, кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 или 50 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16.0.801.397

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-50 (100)-2 ГОСТ 1770

Колбы КН-1-250-14/23 ТС ГОСТ 25336

Пипетки мерные с делениями 0,1-0,01 $см^3$, 4(5)-2-1(2),
6 (7)-2-5(10) **ГОСТ 29227**[@]

Стаканы Н-1-150 ТХС ГОСТ 25336

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 250-500 $см^3$ для отбора и хранения проб.

3.3. Реактивы

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456

ГСО с аттестованным содержанием железа

или квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205

Кислота соляная по ГОСТ 3118

Кислота уксусная по ГОСТ 61

Кислота азотная по ГОСТ 4461

Кислота серная по ГОСТ 4204

о-Фенантролин моногидрат МРТУ 6-09-2047

или о-фенантролин гидрохлорид

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Аммиак водный по ГОСТ 3760

Бумага индикаторная универсальная ТУ 6-09-1181

Все реактивы, используемые для анализа, 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 экстракционно-фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоэлектроколориметра.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;

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

относительная влажность (80±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"**[@]

7.1. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 250 $см^3$.

7.2. Пробы анализируют в день отбора или консервируют следующим образом:

Если необходимо определять сумму растворенной и нерастворенной форм железа, к пробе добавляют 2,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты или 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты на каждые 100 $см^3$ пробы.

Если необходимо определять железо растворенное, то отобранную пробу сразу фильтруют через мембранный фильтр (0,35-0,45 мкм), поместив в приемную колбу по 1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты на каждые 100 $см^3$ пробы.

Пробы хранят в течение 1-2 суток.

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

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 рабочей инструкцией по эксплуатации прибора (λ=510 нм, кюветы 10 и 50 мм).

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление раствора о-фенантролина.

Навеску моногидрата о-фенантролина (0,280 г) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в темной склянке при 2-5°С. Срок хранения - одна неделя.

8.2.2. Приготовление 0,1%-ного раствора гидрохлорида о-фенантролина.

Навеску гидрохлорида о-фенантролина (0,1 г) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в темной склянке при 2-5°С.

Срок хранения - одна неделя.

8.2.3. Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина.

Навеску солянокислого гидроксиламина (10 г) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой

Срок хранения - 1 неделя.

8.2.4. Приготовление ацетатно-аммонийного буферного раствора.

Навеску уксуснокислого аммония (250 г) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 700 см^3 уксусной кислоты и доводят объем до 1 дм^3 дистиллированной водой.

8.2.5. Приготовление 1 М раствора азотной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 83 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой

8.2.6. Приготовление основного стандартного раствора из ГСО с аттестованным содержанием.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией

1 см^3 раствора должен содержать 0,1 мг железа.

Срок хранения - один месяц.

8.2.7. Приготовление рабочего стандартного раствора.

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного стандартного раствора в 10 раз дистиллированной водой

В 1 см^3 раствора содержится 0,010 мг железа.

501128

8.2.8. Приготовление основного стандартного раствора из соли железа.

Навеску железоаммонийных квасцов (0,8634 г) помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. В 1 $см^3$ раствора содержится 0,1 мг железа.

Срок хранения - один месяц.

8.2.9. Приготовление рабочего стандартного раствора из основного стандартного раствора.

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного стандартного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

В 1 $см^3$ раствора содержится 0,010 мг железа.

8.3. Построение градуировочного графика

В стаканы из термостойкого стекла емкостью 150 $см^3$ помещают 0,00, 0,10; 0,5; 1,0; 2,0, 5,0; 7,5; 10,0 $см^3$ рабочего стандартного раствора железа, что соответствует содержанию железа 0,00; 0,02; 0,10; 0,20; 0,40, 1,00; 1,50, 2,00 $мг/дм^3$, добавляют дистиллированную воду ~40 $см^3$, 1 $см^3$ 10%-ного раствора гидроксиламина, доводят pH раствора ~ до pH 3 ед. pH (по универсальной индикаторной бумаге), добавляя по каплям конц. HCl, и кипятят растворы до уменьшения объема ~ на 1/3. После охлаждения количественно переводят растворы в мерные колбы на 50 $см^3$, прибавляют по 2 $см^3$ раствора о-фенантролина, 10 $см^3$ ацетатно-аммонийного буфера, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 10-15 мин измеряют светопоглощение при $\lambda = 510$ нм, в кюветах с длиной поглощающего слоя 10 или 50 мм против холостого раствора на дистиллированной воде с добавлением всех реактивов. (Холостой раствор обычно бывает слегка окрашенным, т.к. даже очень чистые реактивы обычно содержат примесь железа).

Градуировочный график строят в координатах оптическая плотность – концентрация, $мг/дм^3$, используя метод наименьших квадратов.

8.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене партий реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в п.8.3).

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

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

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации железа в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации железа в образце для градуировки,

$\sigma_{R_л}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_л} = 0{,}84\,\sigma_R$, 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

Определение концентрации железа с применением раствора о-фенантролина относительно свободно от мешающего влияния по сравнению с другими методами

9.1. Медь, кобальт, хром и цинк мешают, если присутствуют в концентрациях в 10 раз превышающих концентрацию железа. Никель мешает, если он присутствует в концентрациях свыше 2 мг/дм^3, его влияние можно устранить, установив pH в диапазоне 3,5-5,5.

Висмут, серебро и ртуть мешают, если их концентрация свыше 1 мг/дм^3.

Кадмий влияет при концентрации свыше 50 мг/дм^3.

Цианиды мешают при определении концентрации железа, но их обычно удаляют путем подкисления пробы.

9.2. Для устранения мешающего влияния органических веществ, марганца, нитрит-ионов, хрома, пробу озоляют.

Для обнаружения в пробе Mn и Cr проводят качественную реакцию с персульфатом аммония, для обнаружения NO_2^- – с реактивом Грисса.

При озолении пробы, в стакан из термостойкого стекла вместимостью 100 см^3 помещают пробу сточной воды объемом 2-25 см^3 в зависимости от содержания в ней железа. Последовательно прибавляют 2 и 5 см^3 концентрированной серной и азотной кислот соответственно, накрывают часовым стеклом и кипятят смесь до появления густого белого дыма, после чего нагревание прекращают. Раствор охлаждают до комнатной температуры, разбавляют дистиллированной водой до 20 см^3 и нагревают до кипения для растворения труднорастворимых солей, фильтруют, нейтрализуют 25% раствором аммиака до pH=3,0-5,2, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и проводят анализ по п.10.

9.3. Устранение мешающего влияния полифосфатов и других окислителей предусмотрено в ходе анализа.

Устранение мешающего влияния некоторых металлов достигается добавлением избытка о-фенантролина и работой в области pH=3,5-5,5.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Отбирают 50 см^3 перемешанной или фильтрованной анализируемой пробы или меньший объем в зависимости от предполагаемого содержания железа. При необходимости проводят соответствующую пробоподготовку (п 9), приливают 1 см^3 10%-го раствора гидрохлорида гидроксиламина и кипятят до уменьшения объема примерно наполовину. Пробу охлаждают и, если необходимо, фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Прибавляют 10 см^3 ацетатно-аммонийного буферного раствора и 2 см^3 раствора о-фенантролина и доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают и оставляют на 10-15 минут до полного развития окраски. Светопоглощение полученного раствора измеряют при $\lambda = 510$ нм в кювете с длиной поглощающего слоя 10 или 50 мм по холостому раствору.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание железа рассчитывают по формуле:

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

где X - содержание железа, мг/дм^3;

C - концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

50- объем, до которого разбавлена проба, см^3;

V - объем пробы, см^3.

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

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

501128

Таблица 2

Значения предела повторяемости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,05 до 0,10 вкл.	20
св. 0,10 до 1,0 вкл.	17
св. 1,0 до 2,0 вкл.	14

При невыполнении выше 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 3.

Таблица 3

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.05 до 0 10 вкл	28
св. 0.10 до 1.00 вкл	22
св. 1.0 до 2.0 вкл.	20

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

Численное значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta$, P=0.95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле· $\Delta = 0\,01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0.95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

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

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде $X_{ср} \pm \Delta'$, P=0.95,

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

501128

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 $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|$$

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

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

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации железа 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: $\Delta_л = 0.84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

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 $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C |$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации железа 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

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - 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 $\Delta_л = 0.84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (3)$$

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.

ОРИГИНАЛ
№ 03488

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		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224	Факс: (3432) 502-117 Телефон: (3432) 502-295 E-mail: puneva@uniim.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-117 Phone: (3432) 502-295 E-mail: puneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.011 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации общего железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с о-фенантролином,*
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 P=0 95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 0.05 до 0.10 вкл.	25	7	10
св. 0.10 до 1.00 вкл.	20	6	8
св. 1.0 до 2.0 вкл.	16	5	7

2.Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости 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 результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.05 до 0.10вкл.	20	28
св. 0.10 до 1.00 вкл.	17	22
св. 1 0 до 2,0 вкл.	14	20

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 выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории

4. Дата выдачи свидетельства 02.12.2004 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ЭКОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР» ГОСКОМЭКОЛОГИИ РОССИИ «ЭКОЦЕНТР» г. Москва ЦЕНТР АНАЛИЗА ДОКУМЕНТОВ