

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Центр экологи-  
ческого контроля и анализа»

Г.М. Цветков

августа 2002 г.



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИД-ИОНОВ В ПРИРОДНЫХ И  
СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ  
С ЛАНТАН (ЦЕРИЙ) АЛИЗАРИНКОМПЛЕКСОНОМ

ПНД Ф 14.1:2.179-02

Методика допущена для целей государственного экологического  
контроля

МОСКВА 2002 г.  
(издание 2007 г.)

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» (ФГУ «ЦЭКА»).

## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает фотометрическую методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения фторид-ионов при массовой концентрации от 0,1 до 1,0 мг/дм<sup>3</sup> фотометрическим методом с лантан (или церием) – ализаринкомплексоном.

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

Если массовая концентрация фторид-ионов меньше нижней границы диапазона, то пробу концентрируют упариванием.

Процедура разбавления или концентрирования пробы не должна оказывать влияние на метрологические характеристики методики.

Наибольшее мешающее влияние оказывает алюминий, который связывает фторид-ионы с образованием комплексов  $\text{AlF}^{2+}$  и  $\text{AlF}_2^+$ . Если концентрация алюминия в анализируемой пробе не превышает 1/3 концентрации фторид-ионов, его присутствием можно пренебречь. При равных концентрациях алюминия и фтора результат определения фторид-ионов получается на 20-30% заниженным.

Избавление от мешающих влияний описано в п.9 МВИ.

При выполнении измерений на уровне ПДК необходимо пользоваться другой аттестованной методикой.

## 1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации фторид-ионов основан на взаимодействии их с лантан (или церием)-ализаринкомплексоном. При этом образуется тройной комплекс – сиренево-синее соединение, интенсивность окраски которого измеряется при длине волны 610-620 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 – Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ <sub>R</sub> , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности Р=0.95), ± δ, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	14	20	40
Св. 0.25 до 1 вкл.	10	14	28

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 измерений

- Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны  $\lambda = 610\text{--}620$  нм.
- Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм.
- Весы лабораторные общего назначения, например, ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
- Весы технические по ГОСТ 24104-2001.

- Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001.
- ГСО состава фторид-ионов с погрешностью аттестованного значения не более 1% при Р=0,95.
- Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Цилиндры или мензурки 1(3)-50, 1(3)-100 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2 кл. точности вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227-91.

### **3.2 Посуда**

- Стаканы химические В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336-82.
- Стаканы для взвешивания СВ по ГОСТ 25336-82.
- Полиэтиленовые бутылки для отбора проб и хранения растворов.
- Склянки из темного стекла для хранения растворов.

### **3.3 Реактивы и материалы**

- Ализаринкомплексон по ТУ 6-09-4547-77.
- Натрий гидроксид по ГОСТ 4328-77.
- Натрий уксуснокислый (ацетат натрия) по ГОСТ 199-78.
- Лантан азотнокислый 6-водный по ТУ 6-09-4676-78.
- Церий азотнокислый 6-водный по ТУ 6-09-4081-75.
- Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.
- Кислота уксусная (ледяная) по ГОСТ 61-75.
- Натрий фтористый по ГОСТ 4463-76.
- Ацетилацетон по ГОСТ 10259-78.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

### **Примечания.**

1. Допускается применять средства измерений, устройства и материалы отличные от указанных, но не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

2. Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации хч или чда.

## 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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 работников 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 производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра.

## 6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях:

- Температура окружающего воздуха ( $22\pm5$ )°C.
- Атмосферное давление (84-106) кПа.
- Относительная влажность не более 80 % при  $t=25$ °C.
- Частота переменного тока ( $50\pm1$ ) Гц.
- Напряжение в сети ( $220\pm22$ ) В.

## 7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

7.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".

7.2 Пробы воды отбирают в чистые полиэтиленовые бутыли предварительно ополоснутые отбираваемой водой. Объем отобранный пробы должен быть не менее 200 см<sup>3</sup>.

7.3 Пробы не консервируют. Анализ проб должен быть произведен в течение 24 часов.

7.4 При отборе проб составляется акт отбора проб по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители,
- место, время отбора,
- номер пробы,
- должность, фамилия отбиравшего пробу, дата.

## 8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 8.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации.

### 8.2 Приготовление растворов

#### 8.2.1 Приготовление 0,0005 моль/дм<sup>3</sup> раствора ализаринкомплексона

В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 0,1927 г ализаринкомплексона и 50-100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. К полученной суспензии добавляют 0,1 н раствор гидроксида натрия до растворения осадка. Когда весь реактив растворится, раствор разбавляют приблизительно до 500 см<sup>3</sup> дистиллированной водой, прибавляют 0,25 г ацетата натрия и приливают по каплям 0,1 н раствор соляной кислоты до тех пор, пока окраска раствора не перейдет из красной в желтую - это соответствует pH≈5,0 (pH определяют по индикаторной бумажке). Затем раствор доводят до метки дистиллированной водой. Хранят раствор в склянке из темного стекла. Срок хранения 2 месяца.

#### 8.2.2 Приготовление 0,1 н раствора гидроксида натрия

4,0 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 2 месяца.

### ***8.2.3 Приготовление 0,1 н раствора соляной кислоты***

В мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и приливают при перемешивании 8,3 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Раствор доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения не ограничен.

### ***8.2.4 Приготовление 0,0005 моль/дм<sup>3</sup> раствора лантана азотнокислого (или церия азотнокислого)***

0,2165 г лантана азотнокислого (или 0,2171 г церия азотнокислого) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения 6 месяцев.

### ***8.2.5 Приготовление ацетатного буферного раствора, pH=4,6***

105 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 2 месяца.

### ***8.2.6 Приготовление основного градиуровочного раствора фторид-ионов с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup>***

Раствор готовят из ГСО с аттестованным содержанием фторид-ионов в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 1 месяц.

### ***8.2.7 Приготовление рабочего градиуровочного раствора фторид-ионов с концентрацией 0,01 мг/см<sup>3</sup>***

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> ГСО раствора фторид-ионов и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 1 неделя.

*Примечание.* При отсутствии ГСО допускается приготовление рабочего градуировочного раствора фторид-ионов из фторида натрия.

0,2210 г фторида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Отбирают 10 см<sup>3</sup> полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутыли. Срок хранения 1 неделя.

### 8.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо подготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией фторид-ионов 0,1-1,0 мг/дм<sup>3</sup>. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п. 6 и 10 МВИ.

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

Номер образца	Массовая концентрация фторид-иона в градуировочных растворах, мг/дм <sup>3</sup>	Аликвотная часть (см <sup>3</sup> ) рабочего градуировочного раствора фторид-ионов с концентрацией 0,01 мг/см <sup>3</sup> , помещаемая в мерную колбу вместимостью 50 см <sup>3</sup>
1	0,0	0,0
2	0,1	0,5
3	0,2	1,0
4	0,4	2,0
5	0,6	3,0
6	0,8	4,0
7	1,0	5,0

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочных графиков каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении граду-

ровочных графиков по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм<sup>3</sup>.

#### 8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал, а также после ремонта или поверки прибора, при использовании новой партии реагентов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X - C| < 0,01 \cdot C \cdot 1,96 \sigma_{R_s} \quad (1)$$

где X - результат контрольного измерения содержания фторид-ионов в образце для градуировки, мг/дм<sup>3</sup>;

C - аттестованное значение массовой концентрации фторид-ионов в образце для градуировки, мг/дм<sup>3</sup>;

$\sigma_{R_s}$  - 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:  $\sigma_{R_s} = 0,84 \sigma_R$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения  $\sigma_R$  приведены в Таблице 1.

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

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

## 9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающее влияние алюминия устраниют добавлением ацетилацетона, образующего с алюминием устойчивый бесцветный комплекс. В присутствии этого реагента допустимо 10-кратное по отношению к фторид-ионам количество алюминия. Ацетилацетон добавляют в количестве 2 см<sup>3</sup> на 25 см<sup>3</sup> анализируемой пробы, содержащей от 3 до 50 мкг фторид-ионов.

## 10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают такой объем пробы, чтобы в ней содержалось от 5 до 50 мкг фторид-ионов, но не больше 35 см<sup>3</sup>.

Приливают 5 см<sup>3</sup> 0,0005 моль/дм<sup>3</sup> раствора ализаринкомплексона, 1 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, 5 см<sup>3</sup> азотнокислого лантана или церия (порядок прибавления реагентов следует строго соблюдать), доливают до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 1 час в темном месте. Затем переносят окрашенный раствор в кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность при длине волн 610-620 нм. В качестве раствора сравнения используется холостая проба.

Массовую концентрацию фторид-ионов находят по градуировочному графику.

## 11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание фторид-ионов X (мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times 50}{V}, \text{ где} \quad (2)$$

C – массовая концентрация фторид-иона, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

V – объем пробы, взятой для определения, см<sup>3</sup>;

50 – объем мерной колбы, см<sup>3</sup>.

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

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot X_{cp}, \quad (4)$$

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

**Таблица 3 - значения предела повторяемости при вероятности Р=0,95**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	39
Св. 0.25 до 1 вкл.	28

При невыполнении условия (4) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами измерений, 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 Р=0,95**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	56
Св. 0.25 до 1 вкл.	39

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

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений  $X$ , мг/дм<sup>3</sup> в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:  $X \pm \Delta$ ,  $P=0,95$ ,

где  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$ . Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X \pm \Delta_x$ ,  $P=0,95$ , при условии  $\Delta_x < \Delta$ , где:

$X$  – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_x$  - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечивающее стабильность результатов анализа.

**Примечание.** При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

- способ определения результата измерений (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

$$K_x = | X'_{cp} - X_{cp} - C_d |, \quad (5)$$

где  $X'_{cp}$  – результат анализа массовой концентрации фторид-ионов в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{cp}$  – результат анализа массовой концентрации фторид-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_d$  – величина добавки, мг/дм<sup>3</sup>.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{x, X'_{cp}}^2 + \Delta_{x, X_{cp}}^2}, \quad (6)$$

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) 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:

$$K_k = | X_{cp} - C |, \quad (8)$$

где  $X_{cp}$  – результат анализа массовой концентрации фторид-ионов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$C$  – аттестованное значение образца для контроля,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_s, \quad (9)$$

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) 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 регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.1.03.17/2007

Методика выполнения измерений массовой концентрации фторид-ионов в  
назначение измеряемой величины; объекта  
природных и сточных водах фотометрическим методом с лантаном (или церием) –  
и метода измерений  
ализаринкомплексоном,  
разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного  
наименование организаций (предприятия), разработавшей МВИ  
воздействия»,  
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 приложениях.

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

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе

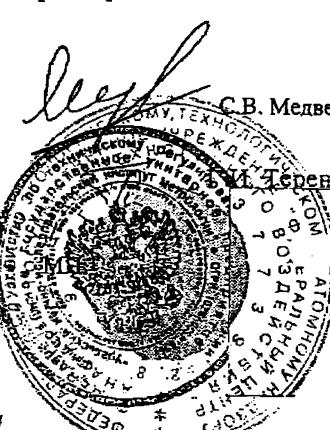
Зав.лабораторией

Дата выдачи:

12.04.2007 г.

Срок действия:

12.04.2012 г.



**Приложение к свидетельству № 223.1.1.03.17/2007  
об аттестации методики выполнения измерений  
массовой концентрации фторид-ионов в природных и сточных водах  
фотометрическим методом с лантаном (или церием) – ализаринкомплексоном**

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ, %.	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ <sub>R</sub> , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности Р=0.95), ± δ, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	14	20	40
Св. 0.25 до 1 вкл.	10	14	28

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), I, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0.1 до 0.25 вкл.	39	56
Св. 0.25 до 1 вкл.	28	39

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 регламентируются Руководством по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник  
лаборатории 223  
ФГУП «УНИИМ»

*Кочергина*      О.В. Кочергина