

МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ

по охране окружающей среды

А. А. Соловьев

1997 г.



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
ХЛОРИД-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД
МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.**

ПНД Ф 14.1:2.111—97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1997 г.
(издание 2004 г.)

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.02.034/2004 в МВИ внесены изменения (Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает титриметрическую методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения хлорид-ионов при массовой концентрации от 10 до 100 мг/дм³ меркуриметрическим методом.

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

Если массовая концентрация хлорид-ионов в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование выпариванием.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием сульфит-, тиосульфат-, сульфид-, роданид-, цианид-ионов, железа и органических веществ, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п. 9).

Определению мешают ионы цинка, свинца, алюминия, никеля и хрома (III) в концентрациях, превышающих 100 мг/дм³, хромат-ионы в концентрациях выше 2 мг/дм³, также мешают бромид- и иодид- ионы. В таких водах хлориды определяют другими методами.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Меркуриметрический метод определения массовой концентрации хлорид-ионов основан на взаимодействии хлорид-ионов с ионами ртути (II) с образованием малодиссоциированного соединения хлорида ртути

Избыток ионов ртути (II) образует с индикатором дифенилкарбазоном в кислой среде ($\text{pH} = 2,5 \pm 0,2$) окрашенное в фиолетовый цвет комплексное соединение, при появлении которого прекращают титрование.

Резкость перехода окраски индикатора в значительной мере зависит от соблюдения правильного значения pH раствора. Точное установление pH предусмотрено в ходе определения использованием смешанного индикатора и азотной кислоты. Величину pH определяют с помощью pH-метра.

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %
от 10 до 100 вкл.	9	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 измерений, вспомогательное оборудование

Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

pH-метр любой марки.

ГСО с аттестованным содержанием хлорид-иона.

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.
Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16.801.397.
Штатив лабораторный ШЛ, ТУ 64-1-707.

3.2. Посуда

Колбы конические КН-2-250-18 ТХС ГОСТ 25336.

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

Пипетки мерные 4(5)-2-1(2);
6(7)-2-5(10);
2(3)-2-25(50), ГОСТ 29227^Ф.

Цилиндры мерные 2-100(1000), ГОСТ 1770.

Бюretки лабораторные 6-2-2(5),
2-2-10(25,50), ГОСТ 29251^Ф.

Воронки ХС, ГОСТ 25336.

Пробирки П-1-10-0,1 ХС, ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания СВ, ГОСТ 25336.

Склянки из темного стекла для хранения реактивов.

Бутыли из стекла или полизтилена с притертными или винтовыми пробками для отбора и хранения проб емкостью 500-1000 см³.

3.3. Реактивы

Ртуть (II) азотнокислая, ГОСТ 4520.

Натрия гидроксид, ГОСТ 4328.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233 или
стандарт-титр NaCl по ТУ 6-09-2540.

Натрий фосфорнокислый, ГОСТ 9397.

Азотная кислота, ГОСТ 4461.

Перекись водорода, ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректифицированный технический, ГОСТ 18300.

Дифенилкарбазон, ГОСТ 17551

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277.
Уголь активированный, ГОСТ 6217.
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.
Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181.
Фильтры обеззоленные, ТУ 6-09-1678.
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 титриметрического анализа и освоивший данную методику.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:
температура окружающего воздуха $(20\pm5)^\circ\text{C}$;
атмосферное давление $(84,0\text{--}106,7)$ кПа $(630\text{--}800)$ мм.рт.ст);
относительная влажность $(80\pm5)\%$;
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 бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранный пробы должен быть не менее 200 см³.

7.2. Пробы обычно не консервируют, хранят при комнатной температуре. В исключительных случаях, чтобы подавить биологические процессы, добавляют 2-4 см³ хлороформа на 1 дм³ пробы.

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

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

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Приготовление вспомогательных растворов

8.1.1. Приготовление раствора натрия хлористого.

2,9222 г хлористого натрия, предварительно высушенного при 105°C, помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Допускается приготовление раствора хлористого натрия из стандарт-титра (фиксирована).

8.1.2. Приготовление раствора азотной кислоты.

12,7 см³ концентрированной азотной кислоты растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.3. Приготовление смешанного индикатора.

0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего помещают в стакан, растворяют в 5-10 см³ 96%-ного этилового спирта, переносят в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки 96%-ным этиловым спиртом.

Хранят в склянке из темного стекла в течение месяца.

8.1.4. Приготовление раствора гидроксида натрия.

4,0 г гидроксида натрия помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, после охлаждения раствор переносят в мерную колбу на 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.5. Приготовление 5%-ного раствора натрия фосфорнокислого.

5 г натрия фосфорнокислого помещают в коническую колбу и растворяют в 95 см³ дистиллированной воды.

8.1.6. Приготовление раствора азотнокислого серебра.

0,1699 г азотнокислого серебра помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.7. Приготовление раствора нитрата ртути (II).

8,12 г Hg(NO₃)₂ или 8,57 г Hg(NO₃)₂·H₂O или 8,34 г Hg(NO₃)₂·0,5 H₂O помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, приливают 1 см³ концентрированной азотной кислоты, помещают в мерную колбу на 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.2. Установление точной концентрации раствора нитрата ртути.

8.2.1. Установить точную концентрацию раствора нитрата ртути можно, определив коэффициент поправки к концентрации раствора. Коэффициент поправки определяют по ГОСТ 25794.3.

8.2.2. Установление точной концентрации раствора нитрата ртути по раствору хлористого натрия.

В коническую колбу для титрования наливают 90 см³ дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия (приготовленного по п.8.1.1.), перемешивают, добавляют 0,3 см³ смешанного индикатора, вводят по каплям раствор азотной кислоты до перехода окраски от синей к желтой, дополнительно приливают 1 см³ раствора азотной кислоты (для установления pH=2,5) и титруют раствором нитрата ртути (II) до изменения желтой окраски на фиолетовую.

Для точного определения концентрации раствора нитрата ртути необходимо провести три параллельных определения. Расчет концентрации нитрата ртути приведен в п.11.1.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. При наличии муты и окраски, мешающих определению, пробу встряхивают с активированным углем (на 100 см³ пробы добавляют 0,5 г активированного угля). Уголь не должен содержать хлоридов, что устанавливается холостым опытом с дистиллированной водой. После обесцвечивания пробы ее фильтруют через плотный бумажный фильтр ("синяя лента") и фильтр промывают дистиллированной водой.

9.2. Для устранения мешающего влияния сульфит-, тиосульфат-, сульфид-, роданид- и цианид- ионов к анализируемой пробе добавляют 3-4 см³ перекиси водорода, далее раствором NaOH (п. 8.1.4) доводят до pH = 9-11 (по универсальной индикаторной бумаге) и кипятят пробу в течение 5-7 мин.

9.3. Определение хлоридов в окрашенных, сильно загрязненных органическими веществами сточных водах, проводят после предварительного выпаривания вод в щелочной среде (pH=9-10) досуха. Остаток после выпаривания слегка прокаливают в течение 5 мин. при температуре 300°C и растворяют горячей дистиллированной водой, приливая ее порциями.

9.4. Железо мешает в концентрациях, превышающих 10 мг/дм³, его связывают добавлением нескольких капель 5%-ного раствора натрия фосфорнокислого.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Предварительное измерение

Для правильного выбора аликовтной части перед началом анализа проводят качественное определение массовой концентрации хлорид-ионов.

501128

Аликовотную часть анализируемой пробы объемом 5 см³ помещают в пробирку вместимостью 10 см³, подкисляют 1-2 каплями раствора азотной кислоты, прибавляют 3-5 капель раствора азотнокислого серебра и взвешивают. По количеству осадка устанавливают аликовотную часть пробы, необходимую для проведения анализа согласно таблице 2.

Таблица 2

Характеристика осадка	Объем аликовотной части пробы, см ³
Большой хлопьевидный осадок	1-5
Сильная муть	10
Слабая муть	20-50
Опалесценция	50-100

10.2. Основное измерение

Отмеряют достаточный для измерения объем профильтрованной и обработанной при необходимости по п.9 анализируемой воды, переносят в коническую колбу для титрования, доводят, если необходимо, объем до 100 см³ дистиллированной водой, добавляют 0,3 см³ смешанного индикатора. Если анализируемый раствор окрашивается в желтый цвет, то добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до перехода желтой окраски в синюю, затем вводят по каплям раствор азотной кислоты до желтого окрашивания раствора, дополнительно приливают 1 см³ раствора азотной кислоты (анализируемый раствор должен иметь pH=2,5±0,2) и титруют раствором азотнокислой ртути до фиолетового окрашивания.

Если после добавления смешанного индикатора анализируемая пробы окрашивается в синий цвет, то, исключив добавление раствора гидроксида натрия, добавляют по каплям раствор азотной кислоты и далее, как указано выше.

Холостое измерение проводят со 100 см³ дистиллированной воды, проводя ее через весь ход анализа. При анализе проб воды выполняют не менее двух параллельных определений.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Расчет точной концентрации нитрата ртути:

$$C = \frac{0,05 \cdot 10}{V},$$

10 - аликовтная часть раствора NaCl , cm^3 ;

C - концентрация раствора азотнокислой ртути, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

V - объем раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, пошедший на титрование раствора хлористого натрия, cm^3 ;

0,05 - нормальность раствора хлористого натрия.

11.2. Содержание хлорид-ионов X ($\text{мг}/\text{дм}^3$) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(V_n - V_0) \times C \times 35,45 \times 1000}{V},$$

где V_n - объем раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование анализируемой пробы, cm^3 ;

V_0 - объем раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование холостой пробы, cm^3 ;

C - концентрация раствора азотнокислой ртути;

35,45 - молярная масса эквивалента хлорида иона;

V - объем пробы, взятой на анализ, cm^3 .

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

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

501128

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 вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %
от 10 до 100 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 10 до 100 вкл.	11

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

ПНД Ф 14.1:2.111-97 ^ФВнесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

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: $X_{cp} \pm \Delta_s$, $P=0,95$, при условии $\Delta_s < \Delta$,

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

$\pm \Delta_s$ – значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечивающее 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 хлорид-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация хлорид-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.

12.3. Если массовая концентрация хлорид-ионов в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование выпариванием. В этом случае одновременно с анализируемой пробой ведут контрольный анализ аттестованного раствора с содержанием хлорид-ионов или соответствующим содержанию их в исходной рабочей пробе.

Результат анализа исходной рабочей пробы признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$|X - C| < K,$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации хлорид-ионов в образце для контроля (аттестованном растворе);

C - аттестованное значение массовой концентрации хлорид-ионов в образце для контроля (аттестованном растворе);

K - норматив оперативного контроля процедуры анализа.

$K = \Delta''$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину концентрирования пробы.

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:

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

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

X'_ϕ – результат анализа массовой концентрации хлорид-ионов в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

где Δ_{n, X'_ϕ} , $\Delta_{n, X_{cp}}$ – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации хлорид-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: $\Delta_n = 0,84 \cdot \Delta$, 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

$$K_k = | C_{cp} - C |$$

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

$$K = \Delta_{\pm},$$

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

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

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 регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

620212, Екатеринбург,
ул. Красногорская, 4, кв. 224

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-095
E-mail: metr@metr.su

THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTER

Дир. 224, 4, Красногорская ул.,
620212, Екатеринбург.
Россия

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-095
E-mail: metr@metr.su

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.81.02.034 / 2004
CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений длительной измерения хлорид-ионов в пробах природных и очищенных сточных вод методом ионного методом.

разработанная ФГУ «Центр экологического контроля и анализа МПР России (г. Москва),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществляется по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерения 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), ±b, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _R , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _R , %
От 10 до 100 мкг.	9	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), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 10 до 100 мкг.	7	11

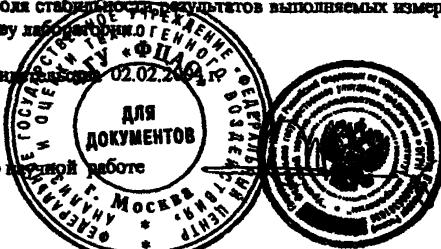
3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- 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 внутримабораторной пренCISIONНОСТИ, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству измерений и поверки приборов Государственного центра по метрологии.

4. Дата выдачи санкцией: 02.02.2004



Зам. директора по научной работе

И.Е. Добромысский