

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

УТВЕРЖДАЮ

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



К.А. Сапрыкин

2007 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

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

ПНД Ф 14.1:2.240-07

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

МОСКВА 2007 г.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

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

Диапазон определяемых концентраций от 20 до 500 мг/дм³.

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

Определению мешают силикаты (более 25 мг/дм³), ионы железа (более 10 мг/дм³), взвешенные и коллоидные вещества, гуминовые вещества, сульфиты.

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

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

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

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

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

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

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и материалы

- Весы лабораторные общего назначения, например, ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
- Гири по ГОСТ 7328-2001.
- Шкаф сушильный типа СНОЛ.
- Печь муфельная любого типа, обеспечивающая температурный режим от 700 до 900 °С.
- Баня водяная любого типа.
- Электроплитка с регулятором нагрева и закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.
- Колбы мерные, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227-91.
- Пипетки с одной отметкой вместимостью 50 см³ по ГОСТ 29169-91.
- Цилиндры или мензурки, 1(3)-50, 1(3)-100, 1(3)-250 по ГОСТ 1770-74.
- Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона с погрешностью аттестованного значения не более 1% при P=0,95.
- Стаканы химические В-1-100, В-1-250, В-1-500 по ГОСТ 25336-82.
- Колбы конические по ГОСТ 25336-82.
- Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82.
- Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.
- Тигли фарфоровые диаметром 25-35 мм по ГОСТ 9147-80.
- Стекланные палочки.
- Часовые стекла диаметром 7-10 мм.
- Капельницы по ГОСТ 25336-82.
- Эксикатор по ГОСТ 25336-82.
- Фильтры мембранные «Владипор МФА-МА», С, 44 мкм по ТУ 6-05-1903.
- Фильтр обеззоленный «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.
- Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181-76.

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

3.2 Реактивы

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

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

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

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

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

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

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

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

7 ОТБОР ПРОБ

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

Пробу фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный

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

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

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

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

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

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

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Приготовление раствора бария хлористого с массовой долей 10%

На аналитических весах взвешивают 12 г бария хлористого дигидрата, растворяют в 90 см³ дистиллированной воды и фильтруют через фильтр синяя лента. Срок хранения 6 месяцев.

8.1.2 Приготовление раствора серебра азотнокислого с массовой долей 10%

2,50 см³ нитрата серебра растворяют в 25 см³ бидистиллированной воды и добавляют 0,25 см³ концентрированной азотной кислоты. Хранят в склянке из темного стекла до внешних изменений.

8.1.3 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

50 см³ концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 см³ дистиллированной воды. Срок хранения 6 месяцев.

8.1.4 Приготовление раствора соляной кислоты (1:50)

2 см³ концентрированной соляной кислоты приливают к 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения 3 месяца.

8.1.5 Приготовление 0,5% раствора метилоранжа

Навеску 0,25 г метилоранжа растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

8.1.6 Приготовление раствора аммиака с массовой долей 12%

50 см³ концентрированного аммиака вносят в колбу вместимостью 100 см³ и добавляют 50 см³ дистиллированной воды.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 2 месяца.

9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1 Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют предварительным фильтрованием (п.7.1) или центрифугированием пробы. Для удаления гумусовых веществ пробу воды пропускают через колонку ($d = 1,5 + 2$ см; $h = 25 + 30$ см), заполненную активированным углем БАУ, со скоростью 2 см³/мин.

9.2 Для устранения мешающего влияния силикатов пробу воды требуемого объема помещают в стакан, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток нагревают в сушильном шкафу в течение 1 ч при $t = 105^{\circ}\text{C}$, смачивают 5 см³ раствора соляной кислоты 1:50, нагревают на плитке до начала кипения и добавляют 25 см³ дистиллированной воды. Горячий раствор фильтруют и промывают фильтр 10-15 см³ раствора соляной кислоты 1:50. Доводят объем пробы до исходного дистиллированной водой и выполняют определение по п.10.

9.3 Мешающее влияние железа устраняют, осаждая его в виде гидроксида. Для этого к фильтрату, полученному после отделения силикатов (или к исходной пробе, если отделение силикатов не произошло), прибавляют 1 см³ раствора азотной кислоты, кипятят при слабом нагревании 5-10 мин, прибавляют раствор аммиака до щелочной реакции и помещают на водяную баню на 30 мин. Выделившиеся гидроксиды отфильтровывают, осадок на фильтре промывают небольшим количеством горячей дистиллированной воды, доводят объем фильтрата до исходного и выполняют определение по п.10.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Перед выполнением анализа можно провести качественное определение сульфат-ионов в исследуемой воде. Для этого берут 5 см³ пробы, прибавляют 4-5 капель хлористоводородной кислоты (1:1) и 0,5 см³ 10% раствора хлористого бария. По характеру выделяющейся мути и осадка судят ориентировочно о содержании сульфат-ионов и подбирают соответст-

вующие объемы проб для анализа.

Если сразу появляется слабая муть, ориентировочное содержание сульфат-ионов составляет от 10 до 100 мг/дм³. При появлении сильной бы-строоседающей мути ориентировочное содержание сульфат-ионов состав-ляет от 100 до 500 мг/дм³.

Отбирают пробу воды объемом 50-250 см³ в зависимости от предпо-лагаемого содержания сульфат-ионов (см. таблицу 2)

Таблица 2

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

Пробу воды помещают в стакан нужной вместимости, добавляют 1-2 капли раствора метилоранжа и 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Смесь нагревают до кипения, затем при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой прибавляют по каплям 3 см³ горячего раствора хлорида бария.

Дают пробе немного отстояться и добавляют к прозрачной жидкости над осадком несколько капель раствора хлорида бария. При появлении мути вводят еще 0,2 см³ раствора хлорида бария для обеспечения полноты осаждения сульфат-ионов.

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

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

Осадок сульфата бария 2-3 раза промывают декантацией, для чего заливают 20-30 см³ горячей дистиллированной воды, перемешивают стек-лянной палочкой, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость над осадком осторожно сливают при помощи стеклянной палочки на фильтр в воронке, но так, чтобы осадок оставался в стакане. Далее к осадку добав-ляют небольшое количество дистиллированной воды, взбалтывают осадок и, не давая отстояться, по палочке переносят на фильтр. Прилипшие к стенкам стакана частицы осадка снимают небольшим кусочком фильтра с помощью стеклянной палочки. Последнюю тщательно обтирают другим кусочком фильтра, оба кусочка присоединяют к осадку и обмывают палоч-ку дистиллированной водой над фильтром с осадком.

Осадок на фильтре осторожно промывают несколько раз небольшо-ми порциями горячей дистиллированной воды до отрицательной реакции

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

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

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

где: a – масса тигля с осадком, мг;

b – масса тигля;

0,4115 – коэффициент пересчета с BaSO_4 на SO_4 ;

V – объем пробы, взятой на анализ, см^3 .

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

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

для которых выполняется следующее условие:

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

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

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

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

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

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

Диапазон измерений, мг/дм 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 20 до 100 вкл.	28	36
Св. 100 до 200 вкл.	22	31
Св. 200 до 500 вкл.	20	25

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

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

$\pm \Delta_r$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

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

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_x с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле

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

где X'_{φ} – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в пробе с известной добавкой, мг/дм³ – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11.

X_{φ} – результат анализа массовой концентрации сульфат-ионов в исходной пробе, мг/дм³ – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

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

где $\Delta_{s,x_{\varphi}}$, $\Delta_{i,x_{\varphi}}$ – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации сульфат-ионов в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

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

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле

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

где C_{cp} – результат измерения массовой концентрации сульфат-ионов в образце для контроля, мг/дм³ – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3) раздела 11;

C – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм³.

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

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

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

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

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

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



1190

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
 Государственный научный метрологический центр
 ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.01.429/2006

Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфат-ионов в
наземном атмосферном воздухе; объекта
природных и сточных водах гравиметрическим методом,
и метода измерений
 разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»,
выполнение организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов
по разработке методики выполнения измерений
 вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие
 виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

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

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

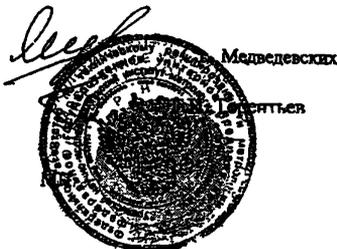
Зав. лабораторией

Дата выдачи:

15.12.2006 г.

Срок действия:

15.12.2011 г.



Медведевских

МЕТРИК

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

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

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

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

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

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрिलाбораторной прецизионности, погрешности).

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

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223
ФГУП «УНИИМ»

Кочергина О.В. Кочергина