

Аналитический центр контроля качества воды  
ЗАО "РОСА"  
Отдел физико-химических методов анализа  
Сектор общего химического анализа

УТВЕРЖДАЮ



Генеральный директор ЗАО "РОСА"

А.В. ЧАМАЕВ

2011 г.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРИТ-ИОНОВ В  
ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ  
МЕТОДОМ С РЕАКТИВОМ ГРИССА

НДП 10.1:2:3.91-06

Москва

Издание 2011 г.

## 1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерения массовой концентрации нитрит-ионов (далее нитриты) в различных типах вод: питьевых, в том числе расфасованных в емкости; природных, в том числе поверхностных и подземных источников водоснабжения; сточных, в том числе ливневых и очищенных. Диапазон измерений массовых концентраций нитритов в питьевых и природных водах от 0,002 мг/дм<sup>3</sup> до 5,0 мг/дм<sup>3</sup>, в сточных водах – от 0,03 мг/дм<sup>3</sup> до 400 мг/дм<sup>3</sup>. Допускается использовать методику для определения нитритов в концентрациях свыше 400 мг/дм<sup>3</sup> при соответствующем разбавлении пробы.

Определению мешают мутность, взвешенные вещества и собственная окраска пробы воды, мешающее влияние которых устраняют в ходе анализа.

*Примечание: по литературным данным определению мешают так же сурьма, висмут, железо (III), свинец, ртуть, метаванадат, карбамид, некоторые амины, сильные окислители и восстановители. Устранение мешающего влияния перечисленных веществ возможно путем разбавления пробы. В этом случае проводят корректирование нижнего предела определения.*

При содержании нитритов в воде более 0,8 мг/дм<sup>3</sup> анализ выполняют с предварительным разбавлением пробы.

Блок-схема проведения анализа приведена в Приложении 1

Продолжительность анализа 1 пробы – 0,5 часов, серии из 10 проб – 1 час.

## 2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

**Т а б л и ц а 1 - Диапазон измерения, значение показателей повторяемости, воспроизводимости и точности**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup> NO <sub>2</sub>	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости),	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости)	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95),
	$\sigma_r$ , %	$\sigma_R$ , %	$\pm \delta$ , %
От 0,002 до 0,005 вкл.	15	20	40
Св. 0,005 до 0,1 вкл.	12	17,5	35
Св. 0,1 до 1 вкл.	10	14	28
Св. 1 до 16 вкл.	7	9,5	19
Св. 16 до 400 вкл.	5	7	14

## 3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на способности нитритов вступать в реакцию с сульфаниловой кислотой\* с образованием соответствующего диазосоединения, при дальнейшем взаимодействии которого с  $\alpha$ -нафтиламином\* получается красный азокраситель.

*\* вещество входит в состав реактива Грисса*

Оптическую плотность полученных окрашенных растворов измеряют на спектрофотометре (фотоколориметре) при длине волны 520 нм, в кюветах с длиной поглощающего слоя 10 или 50 мм в зависимости от содержания нитритов.

## 4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

### 4.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

4.1.1. Весы лабораторные с максимальной нагрузкой 210 г, 2 класса точности по ГОСТ Р 53228.

4.1.2. Государственный стандартный образец состава водного раствора нитрит-ионов.

- 4.1.3. Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или деминерализованной степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.
- 4.1.4. Мешалка магнитная любого типа.
- 4.1.5. Спектрофотометр или фотоколориметр, обеспечивающий проведение измерения при длине волны 520 нм, снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя 10 мм и 50 мм.
- 4.1.6. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- 4.1.7. Пипетки вместимостью 1, 5, 10, 20, 25, 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227, 2 класса точности.
- 4.1.8. Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- 4.1.9. Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре 2 – 10 °С.

Допускается использование других средств измерения, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками

#### **4.2. Реактивы и материалы**

- 4.2.1. Алюминий сернокислый, 18-водный (сульфат алюминия), ч.д.а. по ГОСТ 3758.
- 4.2.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).
- 4.2.3. Грисса реактив, ч.д.а. по ТУ 6-09-3569-86.
- 4.2.4. Кислота уксусная ледяная, х.ч., по ГОСТ 61-75.
- 4.2.5. Натрия гидроокись, ч.д.а. по ГОСТ 4328.
- 4.2.6. Хлороформ, х.ч. по ТУ 6-09-4263-76 или фармакопейный.
- 4.2.7. Воронки фильтрующие (воронки Шотта) ВФ-1-60-ПОР 40 ХС по ГОСТ 25336.
- 4.2.8. Капельница лабораторная с колпачком по ГОСТ 25336.
- 4.2.9. Стаканы термостойкие вместимостью 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.
- 4.2.10. Универсальная индикаторная бумага рН 1-12 по ТУ 2642-008-11764404-99 или по ТУ 6-09-1181-76.
- 4.2.11. Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (например, производства фирмы Владипор или Миллипор).
- 4.2.12. Фильтры обеззоленные “синяя лента” диаметром 15 см, по ТУ 6-09-1678-95.
- 4.2.13. Флаконы из темного стекла вместимостью 500, 1000 см<sup>3</sup> (для хранения реактивов).
- 4.2.14. Флаконы пластиковые вместимостью 1000 см<sup>3</sup> (для хранения реактивов).

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации или импортные аналоги.

### **5. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ**

- 5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.
- 5.2. При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.
- 5.3. Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.
- 5.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

### **6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА**

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического анализа и изучивший правила эксплуатации используемого оборудования.

### **7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20 °С – 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С

частота переменного тока  $(50 \pm 1)$  Гц  
напряжение в сети  $(220 \pm 22)$  В.

## 8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

8.1. Отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб" и ГОСТ Р 51593-2000 "Вода питьевая. Отбор проб" в стеклянные или полиэтиленовые флаконы. Объем отбираемой пробы должен быть не менее  $100 \text{ см}^3$ .

8.2. Анализ проводят в день отбора пробы. Допускается консервация пробы хлороформом из расчета  $2 \text{ см}^3 - 4 \text{ см}^3$  на  $1 \text{ дм}^3$  пробы. Консервированная проба хранится не более двух суток при температуре  $2^\circ\text{C} - 10^\circ\text{C}$ .

8.3. При отборе проб составляют сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывают:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, дата, время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилию сотрудника отбирающего пробу.

## 9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1. Подготовка оборудования

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

### 9.2. Приготовление растворов

#### 9.2.1. Приготовление $125 \text{ г/дм}^3$ раствора уксусной кислоты

Приготовление раствора проводят под тягой.

В мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  наливают приблизительно  $700 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и осторожно при перемешивании прибавляют  $125 \text{ см}^3$  ледяной уксусной кислоты. После охлаждения объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора 6 месяцев при комнатной температуре.

#### 9.2.2. Приготовление 10 % раствора реактива Грисса в растворе уксусной кислоты

В термостойкий химический стакан вместимостью  $500 \text{ см}^3$  помещают  $25,0 \text{ г}$  сухого реактива Грисса и растворяют в  $225 \text{ см}^3$  раствора уксусной кислоты. Стакан помещают на магнитную мешалку и перемешивают содержимое при нагревании до полного растворения. По окончании растворения реактив Грисса фильтруют через фильтр Шотта во флакон из темного стекла. Срок хранения раствора 2 месяца при комнатной температуре.

#### 9.2.3. Приготовление 10 % раствора сульфата алюминия

$10,0 \text{ г}$  сульфата алюминия растворяют в  $90 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Срок хранения раствора 6 месяцев при комнатной температуре.

#### 9.2.4. Приготовление 5 % раствора гидроокиси натрия

$5,0 \text{ г}$  натрия гидроокиси растворяют в  $95 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовом флаконе не более 6 месяце при комнатной температуре.

#### 9.2.5. Приготовление рабочего раствора (I) с концентрацией нитрит-ионов $10 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$  из ампулы пипеткой переносят  $5,00 \text{ см}^3$  раствора ГСО нитрит-ионов с концентрацией  $1 \text{ мг/см}^3$  и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора 3 месяца при температуре  $2^\circ\text{C} - 10^\circ\text{C}$ .

#### 9.2.6. Приготовление рабочего раствора (II) с концентрацией нитрит-ионов $0,5 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$  пипеткой переносят  $10,0 \text{ см}^3$  рабочего раствора нитрит-ионов (I) и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора 3 месяца при температуре  $2 - 10^\circ\text{C}$ .

### 9.3. Установление градуировочной характеристики

МЕТОД А - В мерные колбы или цилиндры вместимостью 50 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 0,2 – 0,4 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 10,0 – 20,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора (II). Объем раствора в колбах доводят дистиллированной водой до метки. Содержание нитрит-ионов в полученных растворах равно соответственно 0,002 – 0,004 – 0,01 – 0,02 – 0,04 – 0,10 – 0,20 мг/дм<sup>3</sup>.

МЕТОД Б - В мерные колбы или цилиндры вместимостью 50 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 0,1 – 0,25 – 0,5 – 1,0 – 2,0 – 3,0 – 4,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора (I). Объем раствора в колбах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Содержание нитрит-ионов в полученных растворах равно соответственно 0,02 – 0,05 – 0,1 – 0,2 – 0,4 – 0,6 – 0,8 мг/дм<sup>3</sup>.

Растворы для установления градуировочной характеристики используют свежеприготовленными.

Далее (для методов А и Б) в каждую колбу прибавляют по 2,0 см<sup>3</sup> реактива Грисса, содержимое перемешивают. Через 30 – 40 минут после добавления реактива измеряют оптическую плотность градуировочных растворов относительно холостой пробы при длине волны 520 нм:

- по методу А в кювете с длиной поглощающего слоя 50 мм
- по методу Б в кювете с длиной поглощающего слоя 10 мм.

В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду с добавлением реактива.

По результатам измерений строят градуировочный график зависимости значения оптической плотности (ед. абс.) от концентрации нитрит-ионов (мг/дм<sup>3</sup>).

Градуировочную характеристику устанавливают заново при смене партии любого из реактивов, после ремонта спектрофотометра (фотоколориметра), но не реже одного раза в квартал.

### 9.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением каждой серии анализов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение концентрации градуировочного раствора отличается от аттестованного значения не более чем на 10 %. Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение для этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность. Если градуировочная зависимость нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее 2-х других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При превышении норматива стабильности градуировочной характеристики хотя бы для одного из растворов, строят новый градуировочный график.

## 10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 10.1. Подготовка пробы к анализу

Визуально оценивая загрязненность анализируемой воды, исполнитель самостоятельно выбирает способ подготовки пробы к анализу:

- если проба прозрачная, не содержит взвешенных веществ и не окрашена, то её анализируют без предварительного фильтрования.
- если проба содержит незначительное количество взвешенных веществ, её фильтруют через фильтр «синяя лента» или мембранный фильтр.
- если после фильтрования в пробе воды остается муть или опалесценция, воду необходимо осветлить. Для этого 100 см<sup>3</sup> анализируемой воды помещают в мерный цилиндр и добавляют 2,0 см<sup>3</sup> раствора сульфата алюминия и несколько капель раствора гидроксида натрия до появления в растворе мути. Цилиндр закрывают

пробкой, перемешивают содержимое и оставляют отстаиваться образовавшийся осадок до полного осветления раствора (около одного часа). Осветленный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», предварительно промытый 10 – 20 см<sup>3</sup> анализируемой пробы. Первую порцию фильтрата отбрасывают

### 10.2. Выполнение измерений

50 см<sup>3</sup> пробы, подготовленной по п. 10.1 или меньшей её объём, доведенный до 50 см<sup>3</sup>, наливают в мерную колбу или мерный цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Прибавляют 2,0 см<sup>3</sup> раствора Грисса, содержимое перемешивают. Через 30 – 40 минут измеряют оптическую плотность раствора относительно холостой пробы при длине волны 520 нм. В зависимости от содержания нитритов в пробе измерения проводят по одному из двух методов\* в кювете с длиной поглощающего слоя 50 мм или 10 мм.

\* Выбор метода зависит от содержания нитрит-ионов в воде и определяется исполнителем анализа.

## 11. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию нитрит ионов (мг/дм<sup>3</sup>) в анализируемой пробе находят по градуировочному графику, учитывая предварительное разбавление пробы по формуле:

$$X = \frac{C_{гр} \cdot V_k}{V_{пробы}}$$

где  $X$  – массовая концентрация нитрит-ионов в анализируемой пробе, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{гр}$  – массовая концентрация нитрит-ионов, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{пробы}$  – объём анализируемой пробы воды, взятый для анализа, см<sup>3</sup>

$V_k$  – объём мерной колбы или цилиндра (обычно 50), см<sup>3</sup>.

При необходимости представления результата анализа, выраженного в пересчете на азот нитритов ( $X_{N-NO_2}$ , мг/дм<sup>3</sup>), его рассчитывают по формуле:

$$X_{N-NO_2} = X_{NO_2} \times 0,3045,$$

где  $X_{NO_2}$  — массовая концентрация нитрит-ионов в пробе, мг/дм<sup>3</sup>.

## 12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

$$X \pm \Delta; \text{ мг/дм}^3 \quad (P=0,95),$$

где  $\Delta = \delta \times 0,01 \times X$  - значение характеристики погрешности (см. таблицу 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при содержании от 0,003 до 0,01 мг/дм <sup>3</sup> вкл.	—	0,0001 мг/дм <sup>3</sup>
при содержании свыше 0,01 до 0,1 мг/дм <sup>3</sup> вкл.	—	0,001 мг/дм <sup>3</sup>
при содержании свыше 0,1 до 1 мг/дм <sup>3</sup> вкл.	—	0,01 мг/дм <sup>3</sup>
при содержании свыше 1 до 10 мг/дм <sup>3</sup> вкл.	—	0,1 мг/дм <sup>3</sup>
при содержании свыше 10 мг/дм <sup>3</sup>	—	1 мг/дм <sup>3</sup>

## 13. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости ( $r$ ). Значения  $r$  приведены в таблице 2.

13.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-

6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), г, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, мг/дм <sup>3</sup>
От 0,002 до 0,005 включ.	42	56
Св. 0,005 до 0,1 включ.	33	49
Св. 0,1 до 1 включ.	28	39
Св. 1 до 16 включ.	19	27
Св. 16 до 400 включ.	14	20

#### 14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

14.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- Контроль стабильности результатов измерений путем контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности и погрешности в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-2002, часть 6 (образец для контроля готовят с использованием ГСО состава водного раствора нитрит-ионов и дистиллированной воды). Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

- Оперативный контроль процедуры измерения путем оценки погрешности (при необходимости), например, с использованием образцов для контроля (см. п. 14.2).

14.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля

В качестве образцов для контроля используют специально приготовленные растворы в дистиллированной воде с использованием ГСО состава водного раствора нитрит-ионов.

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = |X - C|,$$

где  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации нитрит-ионов в образце для контроля;

$C$  – аттестованное значение нитрит-ионов в образце для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

где  $\Delta_n$  – характеристика погрешности аттестованного значения нитрит-ионов в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики

**Примечание:** На первом этапе проведения контроля после внедрения методики допускается считать  $\Delta_n = 0,84 \Delta$ , где  $\Delta$  – приписанная характеристика погрешности методики, которую рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \times C \times \delta$$

Значения  $\delta$  приведены в таблице 1.

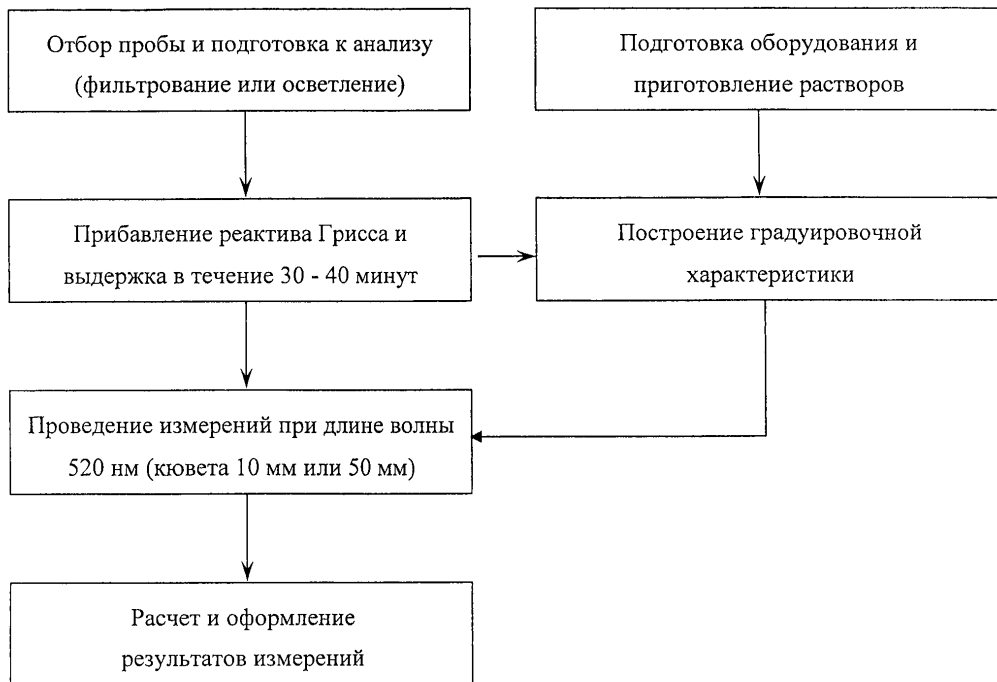
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K$$

При невыполнении условия контроль повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА







000350

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ  
(Росстандарт)

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»  
(ФГУП «УНИИМ»)

Государственный научный метрологический институт

## СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0281/01.00258/2011

Методика измерений массовой концентрации нитрит-ионов в питьевых, природных и  
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,  
сточных водах фотометрическим методом с реактивом Грисса,  
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава  
питьевых, природных и сточных вод,  
область использования

разработанная ЗАО "РОСА", 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35,  
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)


и содержащаяся в НДП 10.1:2:3.91-06 (издание 2011 г.) "Методика измерений массовой  
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод), год утверждения, число страниц  
концентрации нитрит-ионов в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим  
методом с реактивом Грисса", 2011 г. на 9 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по  
теоретических и (или) экспериментальных исследований  
разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод)  
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563  
измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе  С.В.Медведевских

Зав. лабораторией  О.В. Кочергина

Дата выдачи

Рекомендуемый срок пересмотра  
методики (метода) измерений:



Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: [unim@unim.ru](mailto:unim@unim.ru)

 **МЕТРОН**

**ПРИЛОЖЕНИЕ**  
к свидетельству № 222.0281/01.00258/2011 об аттестации  
регистрационный номер  
**методики измерений массовой концентрации нитрит-ионов**  
**в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Грисса**  
на 1 листе

Показатели точности измерений приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Диапазон измерений, показатели точности измерений.

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатели прецизионности (относительные значения)			Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при P=0,95), $\pm \delta_c$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P= 0, 95), $\pm \delta^1$ , %
	Стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r$ , %	Стандартное отклонение воспроизводимости, $\sigma_R$ , %	Предел воспроизводимости <sup>2</sup> (при $m^3=2$ и P =0,95), R, %		
От 0,002 до 0,005 включ.	15	20	56	10	40
Св. 0,005 до 0,1 включ.	12	17,5	49	8	35
Св. 0,1 до 1 включ.	10	14	39	6	28
Св. 1 до 16 включ.	7	9,5	27	5	19
Св. 16 до 400 включ.	5	7	20	4	14

Зав. лабораторией

*Позеркина*

О.В. Кочергина

Дата выдачи: 05.03.2011 г.

<sup>1</sup> Соответствует расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата  $k = 2$ .

<sup>2</sup> Результаты измерений на идентичных пробах питьевых, природных и сточных вод, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в 5 лабораториях, при разработке данной методики.

<sup>3</sup> m – количество результатов измерений для двух лабораторий.