
**МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ МАРГАНЦА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ
ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ПЕРСУЛЬФАТА АММОНИЯ.**

ПНД Ф 14.1:2.61-96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

**Москва 1996 г.
(издание 2004 г.)**

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения в них ионов марганца при массовой концентрации от 0,05 до 5,0 мг/дм³ фотометрическим методом с применением персульфата аммония без разбавления и концентрирования пробы.

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

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

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ, хлорид-ионов и железа устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п. 9).

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации ионов марганца основан на окислении ионов марганца ($^{2+}$) до перманганат-ионов в азотнокислой среде действием персульфата аммония в присутствии катализатора - ионов серебра с последующим измерением оптической плотности раствора при $\lambda = 540$ нм.

**2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ
СОСТАВЛЯЮЩИХ**

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

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

| Диапазон измерений, мг/дм ³ | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,9) ± δ, % | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _г , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _в , % |
|-------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 0,05 до 0,2 вкл. | 28 | 8 | 11 |
| св. 0,2 до 0,4 вкл. | 25 | 7 | 10 |
| св. 0,4 до 5,0 вкл. | 20 | 6 | 9 |

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

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, оборудование и материалы.

3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 540$ нм.

*Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Весы лабораторные, 2 класса точности, ГОСТ 24104.

**Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФП "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.*

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16.0.801.397.

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.

ГСО водного раствора с аттестованным содержанием марганца.

3.2. Посуда

Колбы мерные 2-(50, 200)-2, ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1-250-14/23 ТС, ГОСТ 25336.

Пипетки мерные с делениями 0,1 см³, 4(5)-2-1(2);

6(7)-1-5(10);

3-1-50, ГОСТ 29227.*

**Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФП "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.*

Стаканы Н-1-150 ТСХ, ГОСТ 25336.

Цилиндры 3-25 (50, 100), ГОСТ 1770.

Фарфоровые чашки для выпаривания.

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 500 - 1000 см³ для отбора и хранения проб и реактивов.

3.3. Реактивы

Дистиллированная вода, ГОСТ 6779.

Азотная кислота, ГОСТ 4461.

Ортофосфорная кислота, ГОСТ 6552.
Ртуть (II) азотнокислая 1-водная, ГОСТ 4520.
Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277.
Аммоний надсерноокислый, ГОСТ 20478.
Серная кислота, ГОСТ 4204.
Соляная кислота, ГОСТ 3118.
Хлороформ, ТУ 6-09-4263.
Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чда или хч.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 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 фотометрического анализа и изучивший инструкции по эксплуатации спектрофотометра или фотокolorиметра.

6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:
температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
атмосферное давление (84,0 - 106,7) кПа (630 - 800 мм.рт.ст);
относительная влажность (80 ± 5) %;
напряжение сети (220 ± 10) В;
частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».*

**Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФП' "ЦЭКА " МПР России от 30 мая 2001 г.*

7.1. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 200 см³.

7.2. *Пробы анализируют не позднее, чем через два часа после отбора или консервируют добавлением 5 см³ концентрированной азотной кислоты на 1 дм³ воды.

*Если требуется определить марганец в растворенной форме, пробу фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» до консервирования.

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.

**Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФП' "ЦЭКА " МПР России от 30 мая 2001 г.*

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

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

8.2. Приготовление растворов

8.2.1. Приготовление раствора нитрата ртути (II).

Растворяют 17,131 г $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ в дистиллированной воде, смочив сначала 1 см³ концентрированной азотной кислоты и разбавляют до 1 дм³.

1 см³ полученного раствора эквивалентен 3,54 мг хлорид-ионов.

8.2.2. Приготовление раствора персульфата аммония.

Растворяют 20 г персульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ в 80 см³ дистиллированной воды.

8.2.3. Приготовление раствора нитрата серебра.

Растворяют 16,9874 г AgNO_3 в дистиллированной воде и разбавляют до 1 дм³.

8.2.4. Приготовление основного раствора марганца из ГСО с аттестованным содержанием марганца.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

1 см³ раствора должен содержать 0,01 мг марганца.

Раствор годен в течение месяца.

8.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией ионов марганца от 0,05 до 0,5 мг/дм³. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п. 6 и 10.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочного графика приведены в таблице 2. Погрешность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки, не превышает 2,5 %.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки при анализе ионов марганца

| № п/п | Массовая концентрация марганца в градуировочных растворах, мг/дм ³ | Аликвотная часть аттестованного раствора (см ³) с концентрацией 0,01 мг/см ³ помещенного в мерную колбу на 100 см ³ |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 | 0,00 | 0,0 |
| 2 | 0,05 | 0,5 |
| 3 | 0,10 | 1,0 |
| 4 | 0,20 | 2,0 |
| 5 | 0,50 | 5,0 |
| 6 | 1,00 | 10,0 |
| 7 | 5,00 | 50,0 |

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм³.

8.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене партии реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

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

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации ионов марганца в образце для градуировки;

C - аттестованное значение массовой концентрации ионов марганца в образце для градуировки;

$\sigma_{\text{ж}}$ - среднеквадратическое отклонение внутрिलाбораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрिलाбораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{\text{ж}} = 0,84\sigma_{\text{л}}$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения $\sigma_{\text{ж}}$ приведены в таблице 1.

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

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

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. Для устранения мешающего влияния хлорид-ионов, если концентрация их не превышает 300 мг/дм³, предлагается вводить раствор соли ртути (II), образующей с хлорид-ионами малодиссоциированное соединение. При более высоком содержании хлорид-ионов проводят предварительную обработку азотной и серной кислотами.

9.2. Мешают определению органические вещества при большой их концентрации (ХПК превышает 16 мг/дм³). При высоком содержании органических веществ следует прибавить в пробу по 5 см³ концентрированной азотной и концентрированной серной кислоты, выпарить в фарфоровой чашке до появления паров серной кислоты и после охлаждения растворить остаток в 5 см³ азотной кислоты, добавляя дистиллированную воду до 100 см³. При меньшем содержании органических веществ можно ограничиться кипячением пробы 5 - 10 минут с добавлением 10 см³ концентрированной азотной кислоты на 100 см³.

9.3. Мешающее влияние железа устраняют добавлением 1 см³ концентрированной фосфорной кислоты в пробу, *до окисления персульфатом.*

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовой концентрации ионов марганца в пробах природных и сточных вод выполняют следующие операции:

К 100 см³ пробы, если надо предварительно разбавленной или упаренной, приливают 3 см³ концентрированной азотной кислоты и такой объем раствора нитрата ртути (п. 8.2.1) чтобы он был эквивалентен содержанию хлорид-ионов во взятой пробе, и сверх того еще 2

см³. Добавляют, если надо фосфорную кислоту ($d = 1,7 \text{ г/см}^3$), нагревают до кипения, прибавляют 5 см³ раствора персульфата аммония (п. 8.2.2), 2 капли раствора нитрата серебра (п. 8.2.3) и кипятят 5 мин.

После охлаждения раствора, его переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют при $\lambda = 540 \text{ нм}$ по отношению к холостому опыту в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Содержание ионов марганца находят по градуировочному графику.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание ионов марганца X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$* X = C \cdot K,$$

где C - концентрация ионов марганца, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;
 K - коэффициент разбавления или концентрирования.*

**Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФП "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.*

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

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

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 0,05 до 0,2 вкл. | 22 |
| св. 0,2 до 0,4 вкл. | 20 |
| св. 0,4 до 5,0 вкл. | 17 |

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 0,05 до 0,2 вкл. | 31 |
| св. 0,2 до 0,4 вкл. | 28 |
| св. 0,4 до 5,0 вкл. | 25 |

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

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: $X_{cp} \pm \Delta_R, P = 0,95$, 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).

12.2. В том случае, если массовая концентрация ионов марганца в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация ионов марганца 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 ионов марганца 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 ионов марганца или соответствующим содержанием 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 ионов марганца в образце для контроля (аттестованном растворе);

C - аттестованное значение массовой концентрации ионов марганца 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 внутрिलाбораторной 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_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле

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

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

X_{cp} - результат анализа массовой концентрации ионов марганца в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{лх_д}^2 + \Delta_{лх_и}^2}$$

где $\Delta_{лх_д}, \Delta_{лх_и}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации ионов марганца 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: $\Delta_0 = 0,84 \cdot \Delta_c$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \tag{2}$$

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 ионов марганца 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:

$$K = \Delta_{\text{н}}$$

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_{\text{н}} \leq K \quad (3)$$

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 регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

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

«THE URALS
RESEARCH
INSTITUTE FOR
METROLOGY» -
STATE SCIENTIFIC
METROLOGICAL
CENTRE

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.0103.032/2004 CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации марганца в природных и сточных водах фотометрическим методом с применением персульфата аммония.

Разработанная ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г.Москва). аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

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

| Диапазон измерений, мг/дм ³ | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ±δ, % | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ _р , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ _в , % |
|----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 0,05 до 0,2 вкл. | 28 | 8 | 11 |
| св. 0,2 до 0,4 вкл. | 25 | 7 | 10 |
| св. 0,4 до 5,0 вкл. | 20 | 6 | 9 |

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P = 0,95

| Диапазон измерений, мг/дм ³ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, % |
|----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| от 0,05 до 0,2 вкл. | 22 | 31 |
| св. 0,2 до 0,4 вкл. | 20 | 28 |
| св. 0,4 до 5,0 вкл. | 17 | 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 регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Принцип метода
2. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих
3. Средства измерений. Вспомогательное оборудование. Материалы. Реактивы
4. Требования безопасности
5. Требования к квалификации операторов
6. Условия измерений
7. Отбор и хранение проб воды
8. Подготовка к выполнению измерений
9. Устранение мешающих влияний
10. Выполнение измерений
11. Обработка результатов измерений
12. Оформление результатов анализа
13. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории