

**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
СВОБОДНОЙ И ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧНОСТИ
В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ
ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

ПНД Ф 14.1:2.245-07

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА
2007 г.**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика внесена в ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР МЕТОДИК КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ДОПУЩЕННЫХ ДЛЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА (ПНД Ф) на основании протокола заседания Научно-технического совета.

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО»
председатель НТС, к.т. н.



А.В. Лебедев

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ предназначен для измерения свободной и общей щелочности в природных и сточных водах титриметрическим методом.

Диапазон измерения содержания свободной и общей щелочности 0,005 – 10 мг-экв/дм³.

При титровании определению мешает интенсивная окраска пробы, мутность, свободный хлор, высокое содержание СО₂.

Устранение мешающих влияний осуществляется в соответствии с п. 10.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

| Диапазон измерений щелочности, мг-экв/дм ³ | Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), ±δ, % | Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ _r , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ _R , % |
|---|---|--|--|
| От 0,005 до 0,1 вкл. | 9 | 12 | 28 |
| Св. 0,1 до 1 вкл. | 7 | 11 | 24 |
| Св. 1 до 10 вкл. | 5 | 9 | 19 |

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, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

| | |
|--|-----------------|
| Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа | ГОСТ 24104-2001 |
| СО с аттестованным содержанием гидрокарбонатов с погрешностью не более 1 % при P = 0,95 | |
| Термометр с ценой деления 0,2°С | ГОСТ 29224-91 |
| Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 см ³ | ГОСТ 1770-74 |
| Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 см ³ | ГОСТ 29227-91 |
| Бюретки с ценой деления 0,1 см ³ | ГОСТ 29251-91 |
| Цилиндры мерные или мензурки | ГОСТ 1770-74 |

3.2 Вспомогательные устройства

| | |
|---|-----------------|
| Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева | ГОСТ 14919-83 |
| Шкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ | |
| Стаканчики для взвешивания (бюксы) | ГОСТ 25336-82 |
| Капельница 2-50 ХС | ГОСТ 25336-82 |
| Стаканы химические | ГОСТ 25336-82 |
| Воронка стеклянная диаметром (13 - 15) см | ГОСТ 25336-82 |
| Воронка фильтрующая с пористой пластинкой | ГОСТ 25336-82 |
| Эксикатор | ГОСТ 25336-82 |
| Трубки хлоркальциевые ТХ-П-1-17(25) | ГОСТ 25336-82 |
| Устройство для продувания воздуха (или микрокомпрессор МК). | |
| Фильтры обеззоленные | ТУ 6-09-1678-86 |

Примечание. Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы и материалы

| | |
|--|---------------|
| Соляная кислота, раствор 0,1 моль/дм ³ , | ТУ 6-09-2540 |
| Соляная кислота, стандарт-титр | |
| Кислота соляная | ГОСТ 3118-77 |
| Натрий углекислый (карбонат) | ГОСТ 83-79 |
| Натрия тиосульфат (натрий серноватистокислый), пентагидрат | ГОСТ 27068-86 |
| Метиленовый красный водорастворимый, | ТУ 6-094070 |
| Бромкрезоловый зеленый | |
| Метиловый оранжевый | |
| Фенолфталеин | |
| Активированный уголь АГ-3 | ГОСТ 20464-75 |
| Спирт этиловый ректифицированный | ГОСТ 18300-87 |
| Воздух | ГОСТ 17433-80 |
| Вата медицинская | ГОСТ 5556-81 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709-72 |

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Определение щелочности основано на титровании пробы раствором сильной кислоты.

Под щелочностью понимают способность некоторых компонентов, содержащихся в воде, связывать эквивалентное количество сильной кислоты. Щелочность создают все катионы, которые в воде были уравновешены гидроксильными ионами, анионами слабых кислот (карбонаты, бикарбонаты и т.п.). Щелочность определяется количеством сильной кислоты, необходимой для замещения этих анионов. Расход кислоты пропорционален их общему содержанию в воде и выражает общую щелочность воды (М). В обычных природных водах щелочность зависит, как правило, только от гидрокарбонатов щелочных металлов. В этом случае значение рН < 8,3. Общая щелочность практически тождественна карбонатной жесткости и соответствует содержанию бикарбонатов.

Наличие растворимых карбонатов и гидроокисей повышает значение $pH > 8,3$. Та часть общей щелочности, которая соответствует количеству кислоты, необходимой для понижения pH до 8,3, называется свободной щелочностью (Р). Количество титрованного раствора, израсходованного для достижения $pH=8,3$, эквивалентно свободной щелочности; количество необходимое для достижения $pH=4,5$ эквивалентно общей щелочности. Если pH воды меньше 4,5, то ее щелочность равна нулю.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019-79.

5.3 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004-90.

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

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалист, имеющий высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории и владеющий техникой титриметрического метода анализа.

7 УСЛОВИЯ 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 ;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети (220 ± 22) В.

8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

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

8.2 Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты 1:1, а затем дистиллированной водой.

8.3 Пробы воды отбирают в стеклянные бутылки. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 300 см³.

8.4 Щелочность, особенно свободную, следует определять сразу после отбора пробы. Если это невозможно, отбирают полную бутылку и определяют щелочность не позднее, чем через 24 ч.

8.5 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.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Приготовление растворов и реактивов

9.1.1 Дистиллированная вода, свободная от CO₂

Дистиллированную воду кипятят 15 мин и охлаждают до комнатной температуры в колбе, закрытой пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка с натронной известью.

9.1.2 Приготовление раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 н

При приготовлении из стандарт-титра раствор готовят согласно инструкции.

При отсутствии стандарт-титра раствор готовят из концентрированной соляной кислоты. Пипеткой вместимостью 10 см³ помещают 8,5 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см³ в мерную

колбу вместимостью 1 дм³ с предварительно налитой дистиллированной водой в объеме (200 - 300) см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Срок хранения 6 месяцев в стеклянной посуде в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей.

Коэффициент поправки к концентрации соляной кислоты устанавливают по ГОСТ 25794.1-83 по раствору натрия углекислого с концентрацией 0,1 н и проверяют 1 раз в месяц (п.9.2).

9.1.3 Приготовление раствора натрия углекислого с концентрацией 0,0500 н

Предварительно карбонат натрия прокаливают при температуре 270-300°С до постоянной массы в день установки титра. Охлаждают в эксикаторе. Затем берут навеску 5,3000 г и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в небольшом количестве свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды и доводят до метки такой же водой.

Для предотвращения поглощения СО₂ из воздуха раствор хранят в герметично закрытой склянке. Раствор хранят не более 3 месяцев.

9.1.4 Приготовление спиртового раствора смешанного индикатора (метиловый красный + бромкрезоловый зеленый)

1. Растворяют 0,015 г метилового красного в 50 см³ 96% этилового спирта

2. Растворяют 0,200 г бромкрезолового зеленого в 100 см³ 96% этилового спирта.

Оба раствора смешивают.

Смешанный индикатор хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

9.1.5 Приготовление 0,05% раствора метилового оранжевого

Растворяют 0,05 г натриевой соли метилового оранжевого в 100 см³ горячей дистиллированной воды. Охлаждают и фильтруют через бумажный фильтр.

Хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

9.1.6 Приготовление 0,5 % раствора фенолфталеина

Растворяют 0,5 г фенолфталеина в 50 см³ 96% этилового спирта и добавляют 50 см³ дистиллированной воды.

Хранят в склянке из темного стекла до помутнения или изменения окраски.

9.2 Определение поправочного коэффициента для раствора соляной кислоты

Отбирают 20 см³ раствора карбоната натрия, разбавляют до 100 см³ свободной от СО₂ дистиллированной водой и титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 н, строго соблюдая те же условия, что и при определении общей щелочности (п.11.2). Особенно следует соблюдать рекомендованные условия продувания воздухом. Титрование повторяют дважды и, если расхождение в объемах раствора соляной кислоты не превышает 0,02 см³, за результат титрования принимают среднее арифметическое.

Коэффициент поправки для раствора соляной кислоты находят по формуле:

$$K = \frac{V_6}{V_k} \quad (1)$$

где K – коэффициент поправки раствора соляной кислоты;

V_6 – объем раствора карбоната натрия, взятый для титрования, см³;

V_k – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³.

10 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Окраску пробы устраняют прибавлением активированного угля и фильтрованием пробы перед анализом.

Влияние мутности устраняют фильтрованием пробы через бумажные или стеклянные фильтры.

Свободный хлор удаляют добавлением к пробе эквивалентного количества 0,1 н раствора тиосульфата натрия.

Высокие концентрации CO_2 мешают правильному определению перехода окраски при титровании, поэтому для более точного определения щелочности предварительно выгесняют CO_2 , продувая воздух через воду.

Дистиллированную воду для приготовления растворов готовят по п.9.1.1.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Если при предварительном определении было установлено, что вода имеет свободную щелочность ($\text{pH}=8,3$, реакция по фенолфталеину), то наряду с общей щелочностью определяют также и свободную щелочность.

11.1 Определение свободной щелочности (Р)

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 100 см^3 анализируемой воды. Воду с высокой щелочностью берут в меньшем количестве и доводят объем приблизительно до 100 см^3 прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой. Добавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки на белом фоне раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 н до полного обесцвечивания.

11.2 Определение общей щелочности (М)

Отмеряют 100 см^3 пробы или используют раствор после определения свободной щелочи, прибавляют три капли смешанного индикатора или две капли метилового оранжевого. Затем продувают воздух и одновременно титруют на белом фоне 0,1 н раствором соляной кислоты до момента, когда зеленая окраска смешанного индикатора перейдет в грязно-серую, или до начала перехода окраски метилового оранжевого из желтой в оранжевую. Воздух продолжают продувать и спустя 5 мин, в случае необходимости дотитровывают.

Титруют из бюретки с ценой деления $0,1 \text{ см}^3$. При анализе природных вод, имеющих низкую общую щелочность, титруют из микробюретки и отсчитывают с точностью до $0,005 \text{ см}^3$.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Расчет свободной (Р) и общей (М) щелочности, мг-экв/дм³, проводят по формулам

$$P = \frac{V_1 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_{\text{пр}}} \quad (2)$$

$$M = \frac{V_2 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_{\text{пр}}} \quad (3)$$

где V_1 - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование по фенолфталеину, см³;

V_2 - объем раствора соляной кислоты, пошедший на титрование по смешанному индикатору, см³;

N - концентрация раствора соляной кислоты, 0,1 н;

K - коэффициент поправки к концентрации раствора соляной кислоты;

$V_{\text{пр}}$ - объем пробы, взятый для анализа, см³.

12.2 За результат измерений $P_{\text{ср}}$ (свободной щелочности) и $M_{\text{ср}}$ (общей щелочности) принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений P_1 и P_2 ; M_1 и M_2

$$P_{\text{ср}} = \frac{P_1 + P_2}{2}, \quad (4)$$

$$M_{\text{ср}} = \frac{M_1 + M_2}{2}, \quad (5)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|P_1 - P_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot P_{\text{ср}}, \quad (6)$$

$$|M_1 - M_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot M_{\text{ср}} \quad (7)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Значения предела повторяемости при вероятности $P=0,95$

| Диапазон измерений, мг-экв/дм ³ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, % |
|---|--|
| От 0,005 до 0.1 вкл. | 25 |
| Св. 0,1 до 1 вкл. | 20 |
| Св. 1 до 10 вкл. | 14 |

При невыполнении условия (и/или 6,7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

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

Таблица 3 - Значения предела воспроизводимости при вероятности $P=0,95$

| Диапазон измерений, мг-экв/дм ³ | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, % |
|---|--|
| От 0,005 до 0,1 вкл. | 34 |
| Св. 0,1 до 1 вкл. | 31 |
| Св. 1 до 10 вкл. | 25 |

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$P_{cp} \pm \Delta, P=0,95,$$

$$M_{cp} \pm \Delta, P=0,95,$$

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot P_{cp}.$$

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot M_{cp}.$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$P_{cp} (M_{cp}) \pm \Delta_s, P=0,95,$$

при условии $\Delta_s < \Delta$,

где $P_{cp} (M_{cp})$ - результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики;

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

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

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

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

14 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).

14.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок

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

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = | X'_{cp} - X_{cp} - C_d |, \quad (8)$$

где X'_{cp} - результат анализа щелочности в пробе с известной добавкой (гидрокарбонат-ион) – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

X_{cp} - результат анализа щелочности в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2.

C_d - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{\lambda, X'_{cp}}^2 + \Delta_{\lambda, X_{cp}}^2}, \quad (9)$$

где $\Delta_{\lambda, X'_{cp}}$, $\Delta_{\lambda, X_{cp}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации гидрокарбонатов 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:

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

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | X_{cp} - X |, \quad (11)$$

где X_{cp} - результат анализа щелочности в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 12.2;

X - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле: $K = \Delta_n$,

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (12)$$

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12) 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.



1213

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.01.21/2007

Методика выполнения измерений свободной и общей щелочности в природных и
наименование измеряемой величины; объектасточных водах титриметрическим методом,и метода измеренийразработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенногонаименование организации (предприятия), разработавшей МВИвоздействия),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материаловпо разработке методики выполнения измеренийвид 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 (несопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе

С.В. Медведевских

Зав.лабораторией

Дата выдачи:

12.04.2007 г.

Срок действия:

12.04.2012 г.



**Приложение к свидетельству № 223.1.01.01.21/2007
об аттестации методики выполнения измерений
свободной и общей щелочности в природных и сточных водах
титриметрическим методом**

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

| Диапазон измерений, мг-экв/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 0.005 до 0.1 вкл. | 9 | 12 | 28 |
| Св. 0.1 до 1 вкл. | 7 | 11 | 24 |
| Св. 1 до 10 вкл. | 5 | 9 | 19 |

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

| Диапазон измерений, мг-экв/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 0.005 до 0.1 вкл. | 25 | 34 |
| Св. 0.1 до 1 вкл. | 20 | 31 |
| Св. 1 до 10 вкл. | 14 | 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 внутрилабораторной 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.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223
ФГУП «УНИИМ»

Кочергина

О.В. Кочергина