

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

**УТВЕРЖДАЮ**

**Заместитель Председателя  
Государственного комитета РФ  
по охране окружающей среды**



**А. А. Соловьянов**

**1997 г.**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ  
ФОСФАТ-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ  
КИСЛОТЫ.**

**ПНД Ф 14.1:2.112—97**

**Методика допущена для целей государственного экологического контроля.**

**Москва 1997 г.  
(издание 2004 г.)**

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ.

**В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.035/2004 в МВИ внесены изменения (Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).**

## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и <sup>Ф</sup>очищенных<sup>Ф</sup> сточных вод для определения фосфат-ионов при массовой концентрации от 0,05 до 1 мг/дм<sup>3</sup> PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> фотометрическим методом.

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

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе сульфидов, сероводорода, хроматов, арсенатов, нитритов и железа, устраняют специальной подготовкой пробы к анализу (п.9).

## 1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации фосфат-ионов основан на взаимодействии фосфат-ионов в кислой среде с молибдатом аммония и образованием фосфорно-молибденовой гетерополи-кислоты, которая восстанавливается аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяно-виннокислого калия до фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в голубой цвет. Максимум светопоглощения соответствует длине волны  $\lambda = 690$  нм.

## 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

**Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta$ , %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_t$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %
от 0,05 до 0,50 вкл.	15	4	6
св. 0,5 до 1,0 вкл.	10	2,5	4

Значения показателя точности методики используют при:

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

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

#### 3.1. Средства намерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны  $\lambda = 690$  нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 20 или 50 мм.

Весы лабораторные 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

ГСО с аттестованным содержанием фосфат-ионов.

### 3.2. Посуда

Колбы мерные 2-50(100,500,1000)-2, ГОСТ 1770.

Пипетки мерные 6(7)-1-5(10);

2-1-25(50), ГОСТ 29227<sup>а</sup>.

Цилиндры 2-250;

1-100, ГОСТ 1770.

Воронки В ХС, ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2-100-18 ТХС, ГОСТ 25336.

Стаканы для взвешивания СВ, ГОСТ 25336.

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками для отбора и хранения проб вместимостью 500-1000 см<sup>3</sup>.

### 3.3. Реактивы

Серная кислота, ГОСТ 4204.

Аммония молибдат, ГОСТ 3765.

Аскорбиновая кислота, ГОСТ 4815.

Антимонилтартрат калия, ТУ 6-09-803

Калий марганцевоокислый, ГОСТ 20490.

Сульфаминовая кислота, ТУ 6-09-2391.

Комплексон III, ТУ 6-09-2391

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные, ТУ 6-09-1181.

Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181

Все реактивы, должны быть квалификации ч.д.а или х.ч.

#### 4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

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

#### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра.

#### 6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха ( $20 \pm 5$ )°С;

атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст);

относительная влажность ( $80 \pm 5$ ) %;

напряжение сети ( $220 \pm 10$ ) В;

частота переменного тока ( $50 \pm 1$ ) Гц.

#### 7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб"<sup>9</sup>.

7.1. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 100 см<sup>3</sup>.

7.2. Пробу анализируют в день отбора или консервируют добавлением 2-4 см<sup>3</sup> хлороформа на 1 дм<sup>3</sup> воды и хранят при 3-5° С не более 3 суток.

7.3. При отборе проб составляется сопроводительный документ, в котором указывается.

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

## 8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 8.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

### 8.2. Приготовление вспомогательных растворов

#### 8.2.1. Приготовление раствора молибдата аммония

3 г молибдата аммония помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой. В случае появления мути раствор следует отфильтровать.

Раствор хранят в полиэтиленовой бутылки.

#### 8.2.2. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты.

2,16 г аскорбиновой кислоты помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в холодильнике в течение 3-х недель.

#### 8.2.3. Приготовление раствора антимионилтарtrate калия.

0,34 г антимионилтарtrate калия помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

#### **8.2.4. Приготовление раствора серной кислоты.**

В мерную колбу на 500 см<sup>3</sup> наливают 400 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и осторожно приливают 70 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. После охлаждения, раствор доводят до метки дистиллированной водой.

#### **8.2.5. Приготовление смешанного реактива.**

В колбе с притертой пробкой смешивают 125 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (п.8.2.4), 50 см<sup>3</sup> раствора молибдата аммония (п.8.2.1), 50 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты (п.8.2.2) и 25 см<sup>3</sup> раствора антимонилгартрата калия (п.8.2.3).

Смешанный реактив готовят непосредственно перед использованием.

#### **8.2.6. Приготовление 10%-го раствора сульфаминовой кислоты.**

10 г сульфаминовой кислоты растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды<sup>Ф</sup>.

### **8.3. Приготовление градуировочных растворов фосфат-ионов**

#### **8.3.1. Приготовление градуировочного раствора 1.**

Раствор готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. В 1 см<sup>3</sup> раствора должно содержаться 0,01 мг фосфат-ионов.

Раствор готовят в день проведения анализа

#### **8.3.2. Приготовление градуировочного раствора 2.**

Раствор готовят соответствующим разбавлением градуировочного раствора 1. В 1 см<sup>3</sup> раствора должно содержаться 0,001 мг фосфат-ионов

Раствор готовят в день проведения анализа.

### **8.4. Построение градуировочных графиков**

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией фосфат-ионов 0,05-1,0 мг/дм<sup>3</sup>. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.6 и 10

Состав и количество образцов для градуировки 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 фосфат-ионов.

N п/п	Массовая концентрация фосфат-ионов в градуировочных растворах, мг/дм	Аликвотная часть растворов (см <sup>3</sup> ), помещенных в мерную колбу на 50 см <sup>3</sup>	
		Раствор 1 с концентрацией 0,01 мг/см <sup>3</sup>	Раствор 2 с концентрацией 0,001 мг/см <sup>3</sup>
		График 1 (кювета=50 мм)	
1	0,00		0,0
2	0,05		2,5
3	0,10		5,0
4	0,20	1,0	
5	0,30	1,5	
6	0,40	2,0	
7	0,50	2,5	
		График 2 (кювета=20 мм)	
1	0,00	0,0	
2	0,50	2,5	
3	0,60	3,0	
4	0,70	3,5	
5	0,80	4,0	
6	0,90	4,5	
7	1,00	5,0	

Раствор из мерной колбы переносят в коническую колбу и добавляют реактивы по п.10.

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/дм<sup>3</sup>.

### 8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене партий реактивов, но не реже одного раза в месяц. 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:

$$\left| X - C \right| \leq 1,96\sigma_{R_x},$$

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

$C$  - аттестованное значение массовой концентрации фосфат-ионов в образце для градуировки,

$\sigma_{R_x}$  - среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

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

Значения  $\sigma_R$  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. Сильнокислые и сильнощелочные пробы предварительно нейтрализуют.

9.2. Определению мешают сульфиды и сероводород в концентрациях, превышающих  $3 \text{ мг/дм}^3 \text{ S}^2$ . Мешающее влияние можно устранить, прибавляя несколько миллиграммов калия марганцевокислого на  $100 \text{ см}^3$  пробы и встряхивая 1-2 мин, раствор должен оставаться розовым. После этого прибавление реактивов проводят в обратном порядке: сначала приливают раствор аскорбиновой кислоты, перемешивают, затем прибавляют смешанный реактив.

9.3. Определению мешают хроматы в концентрациях, превышающих  $2 \text{ мг/дм}^3 \text{ CrO}_4^{2-}$ . Это мешающее влияние устраняется прибавлением реактивов в обратном порядке (по п.9.2).

9.3. Определению мешают арсенаты. Их содержание определяют отдельно и вычитают из найденного содержания фосфат-ионов.

9.4. Для устранения мешающего влияния нитритов в смешанный реактив добавляют  $10 \text{ см}^3$  10 %-го раствора сульфаминовой кислоты<sup>6</sup>.

9.5. Определению мешает железо<sup>(3+)</sup> в концентрациях, превышающей  $1 \text{ мг/дм}^3$ . Для устранения мешающего влияния железа вводят эквивалентное количество комплексона III.

## 10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

К  $50 \text{ см}^3$  пробы, профильтрованной на месте или в тот же день в лаборатории через плотный бумажный фильтр (синяя лента), или к меньшему объему, доведенному до  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной водой, прибавляют  $5,0 \text{ см}^3$  смешанного реактива и через короткое время  $0,5 \text{ см}^3$  раствора аскорбиновой кислоты (как указано в п.9.2 в присутствии некоторых мешающих веществ реактивы приливают в обратном порядке). Смесь перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 690 нм по отношению к холостому раствору, (холостой раствор готовится на дистиллированной воде с добавлением соответствующих реактивов).

Содержание фосфат-ионов в  $\text{мг/дм}^3$  находят по градуировочному графику.

При анализе проб воды выполняют не менее двух параллельных определений.

## 11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание фосфат-ионов (мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где  $C$  - концентрация фосфат-ионов, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

50- объем, до которого была разбавлена проба, в см<sup>3</sup>;

$V$ - объем, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

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 при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
от 0,05 до 0,50 вкл.	11
св. 0,5 до 1,0 вкл.	7

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4

Значения предела воспроизводимости при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,05 до 0,50 вкл.	17
св. 0,5 до 1,0 вкл.	11

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  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$ .

Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X_{cp} \pm \Delta_n$ ,  $P=0,95$ , при условии  $\Delta_n < \Delta$ ,

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

$\pm \Delta_n$  - 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 фосфат-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация фосфат-ионов соответствовала регламентированному диапазону.

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

где  $\pm \Delta'$  - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

### **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  $K_*$  с нормативом контроля  $K$

Результат контрольной процедуры  $K_x$  рассчитывают по формуле:

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

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

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

где  $\Delta_{л, X'_{cp}}$ ,  $\Delta_{л, X_{cp}}$  – значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации фосфат-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  $\Delta_x = 0,84 \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \quad (2)$$

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:

$$K_k = \left| C_{cp} - C \right|$$

где  $C_{cp}$  – результат анализа массовой концентрации фосфат-ионов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

$C$  – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

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:

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

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

## Приложение (рекомендуемое)

## Форма записи результатов анализа

Проба	Наименование компонента	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
			Фактическое	Допускаемое	
1	2	3	4	5	6

- 1.
  - 2.
- среднее.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ**

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

620219, Екатеринбург,  
ГСП-824,  
ул. Красноармейская, 4, каб. 224

Факс: (3432) 502-117  
Телефон (3432) 502-295  
E-mail: papeva@umim.ru

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

Dept. 224, 4, Krasnoarmyyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia

Fax: (3432) 502-117  
Phone: (3432) 502-295  
E-mail: papeva@umim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.035 / 2004  
CERTIFICATE**

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации фосфат-иона в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с восстановлением аскорбиновой кислоты.

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 <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>p</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>R</sub> , %
от 0.05 до 0.50 вкл.	15	4	6
св. 0.5 до 1.0 вкл.	10	2.5	4

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	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 0.50 вкл.	11	17
св. 0.5 до 1.0 вкл.	7	11

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

4. Дата выдачи свидетельства: 02.02.2004

Зам. директора по научной работе

И.Е.Добровинский

