



Муниципальное унитарное предприятие
по эксплуатации водопроводно-канализационного хозяйства
"УФАВОДОКАНАЛ"
ГОРОДСКОГО ОКРУГА ГОРОД УФА РЕСПУБЛИКИ БАШКОРТОСТАН

УТВЕРЖДАЮ
Технический директор,
заместитель генерального
директора предприятия



В.В. Чернецов

« 3 » 05 2019г.

Методика измерений массовой концентрации хлорит-иона,
хлорат-иона и бромат-иона в питьевой воде, воде источников
водоснабжения и водных объектов методом
ионной хроматографии



МП УВК 1.106-2014

Уфа
2019

1 ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Настоящий документ устанавливает методику измерений (МИ) массовой концентрации хлорит-ионов, хлорат-ионов и бромат-ионов в питьевой воде, воде источников водоснабжения (подземных и поверхностных), воде подземных и поверхностных водных объектов методом ионной хроматографии в диапазоне измерений массовых концентраций, указанных в таблице 1.

МИ может применяться без потери точности для измерения более высоких концентраций анализируемых компонентов после разбавления пробы не более, чем в 5 раз.

В основу данной МИ положено определение неорганических анионов методом ионной хроматографии [1].

2 НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Нормы погрешности измерений – допускаемые значения показателя точности, характеризующие требуемую точность измерений, указаны в ГОСТ 27384–2002 «Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств».

Настоящая МИ обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, значения которой не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей* повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и точности результатов анализа

Показатель	Диапазон измерений массовой концентрации	Показатель повторяемости результатов анализа (среднее квадратическое отклонение повторяемости результатов анализа), $\sigma_{r,1}$	Показатель внутрилабораторной прецизионности результатов анализа (среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности результатов анализа), $\sigma_{Rл}$	Показатель точности результатов анализа (границы, в которых находится погрешность любого из совокупности результатов анализа, полученных в лаборатории при реализации МИ с принятой вероятностью $P=0,95$), $\pm \Delta_{л}$
				в мг/дм ³
Хлорит-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,10X	0,16X	0,37X
Хлорат-ион	от 0,1 до 5 вкл.	0,06X	0,11X	0,25X
Бромат-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,12X	0,16X	0,38X

* Значения показателей качества приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации (X, мг/дм³) анализируемых показателей в пробе воды.

Значение показателя точности методики используют при:

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

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой концентрации хлорит-, хлорат- и бромат-ионов выполняют методом ионной хроматографии с градиентным режимом элюирования и последующим детектированием компонентов на кондуктометрическом детекторе.

Идентификацию хлорит-иона, хлорат-иона и бромат-иона осуществляют по временам удерживания, установленным при хроматографировании градуировочных растворов.

Расчет массовой концентрации хлорит-, хлорат- и бромат-ионов проводят на основании градуировочной зависимости, установленной методом внешнего стандарта, с помощью программного обеспечения к прибору.

На определение хлорит-, хлорат- и бромат-ионов в воде могут влиять:

- загрязнения реагентов, стеклянной лабораторной посуды, используемой в работе;
- наличие гипохлорит-ионов в пробах питьевой воды;
- содержание хлоридов, сульфатов, карбонатов.

Присутствие загрязнений стеклянной лабораторной посуды и реактивов выявляют при анализе холостой пробы. Для устранения этого влияния рекомендуется использовать чистые реагенты, стеклянную лабораторную посуду готовить в соответствии с 10.1.

Для устранения влияния гипохлорит-ионов используют раствор этилендиамина.

Мешающее влияние хлоридов, сульфатов и карбонатов устраняют с помощью картриджей для предварительной очистки пробы воды.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование.

Хроматограф ионный типа ICS-2000, оборудованный следующими устройствами:

- градиентным насосом ICS-2000;
- генератором элюента EGC II КОН;
- кондуктометрическим детектором;
- инжектором с петлей вместимостью 0,250 см³;
- колонкой предварительной (защитной) IonPac AG19 (2x50 мм);
- хроматографической колонкой IonPac AS 19 (2x250 мм);
- анионным подавителем фоновой электропроводности элюента (супрессором) ASRS-300 (2мм);
- ловушкой для анионов CR-ATC;
- устройством, позволяющим удалять карбонат из пробы CRD (2 мм);
- компьютером с программным обеспечением типа Chromeleon CHM-1

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 210 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ Р 53228

Шкаф сушильный любого типа с температурой нагрева 40-200 °С

Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры от 0 °С до 10 °С

Дистиллятор любого типа

Колбы мерные с притертыми пробками 2 класса точности вместимостью 100, 1000 см³ по ГОСТ 1770

Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227

Шприцы одноразовые медицинские вместимостью 2, 10 см³

Картриджи для предварительной очистки пробы от карбонатов On Guard H

Картриджи для предварительной очистки пробы от сульфатов On Guard Ag

Картриджи для предварительной очистки пробы от хлоридов On Guard Ba

Лабораторная система очистки воды типа "Milli-Q"

Вакуумное устройство для твердофазной экстракции (ТФЭ) типа Visiprep SPE Vacuum Manifold

Мембранный вакуумный насос типа Teflon Coated Diaphragm Pump

Бутыли из стекла с винтовыми пробками вместимостью 250 см³

4.2 Реактивы и материалы

Калия хлорат с содержанием основного вещества не менее 99 %

Натрия хлорит с содержанием основного вещества не менее 80 %

Калия бромат с содержанием основного вещества не менее 99 %

Этилендиамин с содержанием основного вещества не менее 99 %

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501

Примечание - Допускается применять другие средства измерений, аппаратуру, вспомогательные устройства, реактивы с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных в п. 4, в т.ч. импортные.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

К работе допускаются лица, прошедшие специальный инструктаж и обучение согласно ГОСТ 12.0.004.

При выполнении анализа необходимо соблюдать требования безопасности:

при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;

при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019;

взрыво- и пожароопасность по ГОСТ 12.1.010, ГОСТ 12.1.004;

средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;

санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.005.

При выполнении измерений следует соблюдать правила безопасной работы на ионном хроматографе, изложенные в инструкции по эксплуатации хроматографа.

Лабораторное помещение, где производятся анализы, должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией.

Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

6 НОРМЫ ЗАТРАТ ВРЕМЕНИ НА ИЗМЕРЕНИЕ

На проведение анализа одной пробы с учетом параллельных определений, подготовки посуды, приготовления растворов, подготовки прибора и выполнения измерений с обработкой результатов требуется 1,8 чел.-ч.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование, владеющие методами хроматографического анализа, знающие принцип работы и правила эксплуатации используемого оборудования, имеющие опыт работы в химической лаборатории.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха (20±5) °С;

– атмосферное давление 84,0-106,7 кПа;

– относительная влажность не более 80 % при температуре 25 °С;

– частота переменного тока (50±1) Гц;

– напряжение сети (220±22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Пробы воды отбирают в соответствии с [2-4] в бутылки из темного стекла вместимостью 0,25 дм³ и закрывают завинчивающимися крышками. Отобранные пробы воды хранению не подлежат.

9.2 При наличии в воде гипохлорит-ионов в посуду для отбора добавляют раствор этилендиамина по 10.2.1 из расчета 0,5 см³ на 100 см³ пробы. Консервированные пробы можно хранить при температуре от 0 °С до 10 °С в течение 2 суток.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка посуды

Стекланную посуду, используемую для отбора и анализа проб, моют хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат при температуре от 140 °С до 180 °С в сушильном шкафу.

10.2 Приготовление растворов и реактивов

10.2.1 Приготовление раствора этилендиамина молярной концентрации 0,4 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 2,68 см³ этилендиамина, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Приготовленный раствор хранят в емкости из темного стекла при температуре от 0 °С до 10 °С не более 1 месяца.

10.2.2 Приготовление аттестованной смеси (АС) хлорит-иона массовой концентрации 1000 мг/дм³ приведено в Приложении А.

10.2.3 Приготовление раствора хлорит-иона массовой концентрации 10 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³, заполненную наполовину водой для лабораторного анализа, вносят 1 см³ АС хлорит-иона массовой концентрации 1000 мг/дм³, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Приготовленный раствор хранят в емкости из темного стекла при температуре от 0 °С до 10 °С не более 1 недели.

10.2.4 Приготовление раствора хлорит-иона массовой концентрации 1 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³, заполненную наполовину водой для лабораторного анализа, вносят 10 см³ раствора хлорит-иона массовой концентрации 10 мг/дм³, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Приготовленный раствор хранению не подлежит.

10.2.5 Приготовление аттестованной смеси (АС) хлорат-иона массовой концентрации 1000 мг/дм³ приведено в Приложении Б.

10.2.6 Приготовление промежуточного раствора хлорат-иона массовой концентрации 100 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³, заполненную наполовину водой для лабораторного анализа, вносят 10 см³ АС хлорат-иона массовой концентрации 1000 мг/дм³, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Приготовленный раствор хранят в емкости из темного стекла при температуре от 0 °С до 10 °С не более 1 месяца.

10.2.7 Приготовление раствора хлорат-иона массовой концентрации 10 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³, заполненную наполовину водой для лабораторного анализа, вносят 10 см³ раствора хлорат-иона массовой концентрации 100 мг/дм³, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Приготовленный раствор хранят в емкости из темного стекла при температуре от 0 °С до 10 °С не более 1 недели.

10.2.8 Приготовление аттестованной смеси (АС) бромат-иона массовой концентрации 1000 мг/дм³ приведено в Приложении В.

10.2.9 Приготовление раствора бромат-иона массовой концентрации 10 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³, заполненную наполовину водой для лабораторного анализа, вносят 1 см³ АС бромат-иона массовой концентрации 1000 мг/дм³, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Приготовлен-

ный раствор хранят в емкости из темного стекла при температуре от 0 °С до 10 °С не более 1 недели.

10.2.10 Приготовление раствора бромат-иона массовой концентрации 1 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³, заполненную наполовину водой для лабораторного анализа, вносят 10 см³ раствора бромат-иона массовой концентрации 10 мг/дм³, доводят объем раствора до метки и перемешивают. Приготовленный раствор хранению не подлежит.

10.3 Приготовление градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 100 см³ с небольшим количеством воды для лабораторного анализа вносят нужные объемы растворов хлорит-, хлорат- и бромат-ионов, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Пример приготовления градуировочных растворов приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Приготовление градуировочных растворов

Показатель	Концентрация градуировочного раствора, мг/дм ³	Концентрация и объем раствора, используемого для приготовления градуировочного раствора, см ³		
		1 мг/дм ³	10 мг/дм ³	100 мг/дм ³
Хлорит-ион	0,005	0,5	-	-
	0,01	1	-	-
	0,02	2	-	-
	0,03	3	-	-
	0,04	4	-	-
Хлорат-ион	0,1	-	1	-
	0,2	-	2	-
	0,5	-	5	-
	2	-	-	2
	5	-	-	5
Бромат-ион	0,005	0,5	-	-
	0,01	1	-	-
	0,02	2	-	-
	0,03	3	-	-
	0,04	4	-	-

Приготовленные градуировочные растворы хранению не подлежат.

10.4 Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

10.5 Условия хроматографирования

Рекомендуемые условия хроматографического анализа приведены в таблицах 3, 4.

Таблица 3 – Условия проведения анализа

Скорость потока, см ³ /мин.	0,25
Объем дозируемой петли, см ³	0,250
Температура термостата колонки, °С	30
Температура ячейки, °С	35
Ток супрессора, мА	45
Ориентировочное время выхода определяемых ионов, мин.	8,4 (хлорит-ион) 8,9 (бромат-ион) 12,0 (хлорат-ион)

Таблица 4 – Программа изменения состава подвижной фазы для проведения хроматографического разделения

Время, мин.	Содержание элюента, ммоль
0	10
3	10
15	45
20	10

П р и м е ч а н и е - Условия хроматографического анализа подбирают экспериментально, допускается вносить изменения в условия проведения анализа при обеспечении результатов анализа с указанными метрологическими характеристиками.

10.6 Градуировка

Градуировку хроматографической системы проводят методом внешнего стандарта по градуировочным растворам, приготовленным в соответствии с 10.3, в линейном диапазоне детектора с построением градуировочной характеристики (ГХ) для каждого соединения.

Градуировочные растворы анализируют в порядке возрастания массовой концентрации, каждый раствор хроматографируют не менее двух раз. На полученных хроматограммах идентифицируют пики определяемых ионов и устанавливают соответствующее каждому соединению время удерживания, которое используют для идентификации компонентов в анализируемых пробах воды.

Используя программное обеспечение к прибору, строят ГХ, проходящие через начало координат, в виде зависимостей значений площади (S) или высоты (H) пика на хроматограмме от массовой концентрации (C) соответствующего соединения в градуировочном растворе. В процессе обработки данных фиксируют значение коэффициента линейной корреляции. Градуировку признают удовлетворительной, если коэффициент корреляции каждой ГХ не менее 0,98.

Построение ГХ проводят не реже одного раза в три месяца, а также при смене реактивов, колонки или после ремонта прибора.

10.7 Контроль стабильности ГХ

Контроль стабильности ГХ для каждого определяемого компонента проводят ежедневно перед анализом проб. В качестве средства контроля используют один из градуировочных растворов, приготовленных по 10.3. ГХ считают стабильной, если для градуировочного раствора выполняется условие

$$|\bar{X} - C| \leq 0,15C, \quad (1)$$

где \bar{X} – результат измерения массовой концентрации компонента в градуировочном растворе, мг/дм³;

C – заданное значение массовой концентрации компонента в градуировочном растворе, мг/дм³.

В случае невыполнения условия (1) проводят повторную градуировку прибора, используя свежеприготовленные градуировочные растворы. При повторном невыполнении условия (1) выясняют и устраняют причины неудовлетворительных результатов, при необходимости строят новый градуировочный график.

10.8 Контроль стабильности времени удерживания

Контроль стабильности времени удерживания хлорит-, бромат- и хлорат-ионов проводят по хроматограммам градуировочного раствора, который анализируют 2-3 раза в течение рабочего дня, чередуя с анализом рабочих проб. При этом отклонение значений времени удерживания от первоначального не должно быть более 10 % в течение рабочего дня.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Подготовка пробы

11.1.1 Подготовка картриджей

Перед использованием картриджи для предварительной очистки активируют пропуская 10 см³ воды для лабораторного анализа со скоростью не более 1 капли в 3-5 сек. Каждый картридж активируют отдельно.

11.1.2 В одноразовый шприц вместимостью 10 см³ набирают 10 см³ анализируемой пробы и пропускают через цепочку последовательно соединенных картриджей (один картридж предварительной очистки пробы от сульфатов, один картридж очистки пробы от хлоридов и один картридж очистки пробы от карбонатов). Шприц с насадками устанавливают вертикально в вакуумное устройство, скорость фильтрации не более 1 капли в 3-5 сек. Начальную порцию элюата (3 см³) отбрасывают.

11.2 Хроматографический анализ

Каждую пробу анализируют два раза с проведением всей процедуры подготовки пробы к хроматографическому анализу по 11.1.2. Если содержание компонентов в пробе превышает максимальное значение ГХ, пробу разбавляют и измерения повторяют. Все изменения учитывают при обработке результатов анализа.

11.3 Идентификация компонентов пробы осуществляют с помощью компьютерной системы обработки хроматографических данных путем сравнения абсолютных времен удерживания компонентов на хроматограммах пробы воды и градуировочного раствора.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Массовую концентрацию компонента (X , мг/дм³) в анализируемой пробе воды рассчитывают с помощью программного обеспечения по ГХ.

12.2 За результат измерения массовой концентрации хлорит-, бромат- и хлорат-ионов в пробе воды принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений X_1 и X_2 в двух аликвотах пробы воды, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости r_L (таблица 5)

$$|X_1 - X_2| \leq r_L \quad (2)$$

12.3 При невыполнении условия (2) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно [5, 6].

Таблица 5 - Диапазон измерений, значение предела повторяемости и внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности $P=0,95$

Показатель	Диапазон измерений массовой концентрации	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами параллельных определений), r_L	в мг/дм ³
			Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое расхождение для двух результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности), R_L
Хлорит-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,28X	0,44X
Хлорат-ион	от 0,1 до 5 вкл.	0,17X	0,30X
Бромат-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,33X	0,44X

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_x, P = 0,95, \quad (3)$$

где \bar{X} - результат анализа, полученный в точном соответствии с прописью методики измерений, мг/дм³;

Δ_x - значение характеристики погрешности методики измерений (показатель точности), мг/дм³ (таблица 1).

Численные значения результата количественного химического анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и численное значение характеристики погрешности. Характеристику погрешности измерения следует выражать числом, содержащим не более двух значащих цифр.

14 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации МИ в лаборатории предусматривает:

оперативный контроль процедуры выполнения измерений - на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;

контроль стабильности результатов измерений - на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

Контроль проводят с учетом требований [5, 7].

14.1 Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

14.1.1 Образцами для контроля являются пробы, приготовленные на дистиллированной воде или воде, не содержащей определяемые показатели, с добавкой АС с аттестованным значением массовой концентрации хлорит-, хлорат-, бромат-ионов.

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

14.1.2 Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле

$$K_k = |\bar{X} - C|, \quad (4)$$

где \bar{X} - результат измерения массовой концентрации хлорит-, хлорат-, бромат-ионов в образце для контроля - среднее арифметическое результатов параллельных определений, рассчитанное по 12, мг/дм³;

C - аттестованное значение массовой концентрации хлорит-, хлорат-, бромат-ионов в образце для контроля, мг/дм³.

14.1.3 Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_x, \quad (5)$$

где Δ_x - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное в лаборатории при реализации методики измерений, соответствующее аттестованному значению массовой концентрации определяемого показателя в образце для контроля, мг/дм³.

14.1.4 Процедуру признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_k \leq K. \quad (6)$$

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

14.2 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений устанавливаются во внутренних документах лаборатории.

Начальник ЦХБЛ ЦАККВ



Н.В. Труханова

Начальник отдела общехимических измерений ЦХБЛ ЦАККВ



И.В. Стрельцова

Начальник отдела контроля качества КХА ЦХБЛ ЦАККВ



Е.В. Вагнер

СОГЛАСОВАНО
Главный специалист
по контролю качества воды



И.А. Мельницкий



БИБЛИОГРАФИЯ

- 1 US EPA. Method 300.0 Determination of inorganic anions by ion chromatography. U.S.Environmental protection agency. Cincinnati. ОНЮ 45268, 1993
- 2 ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб
- 3 ГОСТ Р 56237-2014 Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах
- 4 ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков
- 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
- 6 МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа
- 7 РМГ 76-2014 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
- 8 ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения
- 9 РМГ 60-2003 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
- 10 МИ 1992-98 Рекомендация. ГСИ. Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по процедуре приготовления. Основные положения
- 11 Дерффель К. Статистика в аналитической химии: М., Мир, 1994, с.97-99

Пр и м е ч а н и е – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.



Водоканал

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННОЙ СМЕСИ
ХЛОРИТ-ИОНА

А.1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика регламентирует процедуру приготовления аттестованной смеси (АС) хлорит-иона, предназначенной для установления градуировочной зависимости и контроля точности результатов количественного химического анализа в питьевой воде, воде источников водоснабжения (подземных и поверхностных), воде подземных и поверхностных водных объектов на содержание хлорит-иона методом ионной хроматографии.

Аттестацию АС хлорит-иона проводят в соответствии с нормативными документами [8-10].

А.2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метрологические характеристики аттестованной смеси приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Метрологические характеристики АС хлорит-иона

Аттестованная смесь	Значения характеристики	
	Аттестованное значение массовой концентрации	Погрешность аттестованного значения массовой концентрации при $P=0,95$
АС хлорит-иона	1000	± 6

в мг/дм³

А.3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 210 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ Р 53228

Колбы мерные 2 класса точности вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770

Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227

Пипетки с одной отметкой 2 класса точности вместимостью 10 см³ по ГОСТ 29169

Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры от 0 °С до 10 °С

Лабораторная система очистки воды типа "Milli-Q"

Натрия хлорит с содержанием основного вещества не менее 80 %

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501

Примечание – Допускается использование других средств измерений, оборудования с техническими и метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не хуже указанных в п. А.3, в т.ч. импортных.

А.4 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АС

А.4.1 Приготовление АС хлорит-иона

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят навеску 0,1647 г хлорита натрия, растворяют в воде для лабораторного анализа, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа.

Получают раствор хлорита натрия с массовой концентрацией хлорит-иона 1000 мг/дм³.

А.4.2 Процедура приготовления АС обеспечивает требуемую однородность и стабильность состава в течение срока годности экземпляра АС при соблюдении условий хранения.

А.5 РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Погрешность массовой доли хлорита натрия определяют расчетно-экспериментальным методом.

А.5.1 Для расчета погрешности массовой доли хлорита натрия выполняют 11 независимых измерений растворов, приготовленных разбавлением АС, согласно 11.2. Измерения выполняют случайным образом.

По содержанию хлорит-иона пересчитывают концентрацию хлорита натрия и содержание основного вещества хлорита натрия.

Полученные данные приведены в таблице А.2.

Таблица А.2 - Определение содержания основного вещества хлорита натрия

Номер измерения	Содержание основного вещества, М, % (абс.)
1	81,4
2	81,0
3	80,3
4	80,5
5	81,0
6	79,8
7	81,4
8	81,3
9	80,5
10	81,5
11	79,5
\bar{M}	80,7

А.5.2 Абсолютную погрешность измерения массовой доли хлорита натрия (ΔM) - доверительный интервал среднего \bar{M} рассчитывают по формуле [11]

$$\Delta M = \frac{t_{\text{табл}}(P, f) \times S}{\sqrt{n}},$$

где $t_{\text{табл}}(P, f)$ — коэффициент Стьюдента;
 S — среднеквадратическое отклонение результатов измерений;
 n — количество измерений.

А.5.3 Рассчитывают среднеквадратическое отклонение (S) результатов измерений по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum (M_i - \bar{M})^2}{n - 1}},$$

где M_i — результат единичного определения массовой доли хлорита натрия, %;
 \bar{M} — среднеарифметическое значение результатов определений массовой доли хлорита натрия, %;
 n — количество измерений.

А.5.4 Рассчитывают относительную погрешность определения среднего \bar{M}

$$\frac{\Delta M}{\bar{M}} = \frac{0,4 \times 100 \%}{80,7} = 0,5 \% \text{ (отн.)}$$

А.5.5 Рассчитывают абсолютную погрешность определения массовой доли хлорита натрия для хлорита натрия с содержанием основного вещества согласно паспорту $M=81,4\%$

$$\Delta M = \frac{0,5 \times 81,4}{100} = 0,4\% \text{ (абс.)}$$

Полученное значение ΔM (таблица А.3) используют при расчете погрешности АС с содержанием хлорит-иона 1000 мг/дм^3 .

Таблица А.3 — Метрологические характеристики реактива хлорита натрия

Содержание основного вещества, М, % (абс.)	Значения характеристики	
	Среднеквадратическое отклонение результатов измерений, S, % (абс.)	Погрешность измерения массовой доли, ΔM , % (абс.)
81,4	0,6	0,4

А.5.6 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации хлорит-иона в АС хлорит-иона (ΔAC , мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$\Delta AC = AC \sqrt{\left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_k}{V_k}\right)^2},$$

где АС - аттестованное значение массовой концентрации хлорит-иона в АС, мг/дм^3 ;

М – массовая доля основного вещества хлорита натрия, %;

ΔM – погрешность установления массовой доли хлорита натрия, %;

m – масса навески хлорита натрия для приготовления АС хлорит-иона, г;

Δm – погрешность взвешивания навески хлорита натрия для приготовления АС хлорит-иона, г;

V_k – объем колбы для приготовления АС хлорит-иона, см^3 ;

ΔV_k – погрешность установления объема колбы для приготовления АС хлорит-иона, см^3 .

А.5.7 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации хлорит-иона в АС хлорит-иона не должна превышать 1/3 погрешности общей ошибки методики измерений.

А.6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с химическими реактивами, химической посудой в аналитической лаборатории операторы должны знать и соблюдать требования по безопасности в соответствии с разделом 5 МИ.

А.7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К приготовлению АС хлорит-иона допускаются специалисты с высшим или со средним специальным образованием, имеющие опыт работы в химической лаборатории.

А.8 ТРЕБОВАНИЯ К УПАКОВКЕ И МАРКИРОВКЕ

АС хлорит-иона помещают в стеклянную емкость с завинчивающейся крышкой, наклеивают этикетку с указанием наименования, массовой концентрации раствора, даты приготовления и срока хранения.

А.9 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ

АС хлорит-иона хранят в емкости из темного стекла при температуре от $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ не более одного месяца.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)
МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННОЙ СМЕСИ
ХЛОРАТ-ИОНА

Б.1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика регламентирует процедуру приготовления аттестованной смеси (АС) хлорат-иона, предназначенной для установления градуировочной зависимости и контроля точности результатов количественного химического анализа в питьевой воде, воде источников водоснабжения (подземных и поверхностных), воде подземных и поверхностных водных объектов на содержание хлорат-иона методом ионной хроматографии.

Аттестацию АС хлорат-иона проводят в соответствии с нормативными документами [8-10].

Б.2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метрологические характеристики аттестованной смеси приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики АС хлорат-иона

Аттестованная смесь	Значения характеристики	
	Аттестованное значение массовой концентрации	Погрешность аттестованного значения массовой концентрации при $P=0,95$
АС хлорат-иона	1000,0	$\pm 7,7$

в мг/дм³

Б.3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 210 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ Р 53228

Колбы мерные 2 класса точности вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770

Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227

Пипетки с одной отметкой 2 класса точности вместимостью 10 см³ по ГОСТ 29169

Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры от 0 °С до 10 °С

Лабораторная система очистки воды типа "Milli-Q"

Калия хлорат с содержанием основного вещества не менее 99 %

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501

Примечание – Допускается использование других средств измерений, оборудования с техническими и метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не хуже указанных в п. Б.3, в т.ч. импортных.

Б.4 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АС**Б.4.1 Приготовление АС хлорат-иона**

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят навеску 0,1476 г хлората калия, растворяют в воде для лабораторного анализа, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа.

Получают раствор хлорат-иона с массовой концентрацией хлорат-иона 1000 мг/дм³.

Б.4.2 Процедура приготовления АС обеспечивает требуемую однородность и стабильность состава в течение срока годности экземпляра АС при соблюдении условий хранения.

Б.5 РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Погрешность массовой доли хлората калия определяют расчетно-экспериментальным методом.

Б.5.1 Для расчета погрешности массовой доли хлората калия выполняют 11 независимых измерений растворов, приготовленных разбавлением АС, согласно 11.2. Измерения выполняют случайным образом.

По содержанию хлорат-иона пересчитывают концентрацию хлората калия и содержание основного вещества хлората калия.

Полученные данные приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2- Определение содержания основного вещества хлората калия

Номер измерения	Содержание основного вещества, М, %, (абс.)
1	100,5
2	99,4
3	98,9
4	100,4
5	99,4
6	99,5
7	99,6
8	98,8
9	100,2
10	99,8
11	99,6
\bar{M}	100,5

Б.5.2 Абсолютную погрешность измерения массовой доли хлората калия (ΔM) - доверительный интервал среднего \bar{M} , рассчитывают по формуле [11]

$$\Delta M = \frac{t_{\text{табл}}(P, f) \times S}{\sqrt{n}},$$

где $t_{\text{табл}}(P, f)$ — коэффициент Стьюдента;

S — среднеквадратическое отклонение результатов измерений;

n — количество измерений.

Б.5.3 Рассчитывают среднеквадратическое отклонение (S) результатов измерений по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum (M_i - \bar{M})^2}{n - 1}},$$

где M_i — результат единичного определения массовой доли хлората калия, %;

\bar{M} — среднее арифметическое значение результатов определений массовой доли хлората калия, %;

n — количество измерений.

Б.5.4 Рассчитывают относительную погрешность определения среднего \bar{M}

$$\frac{\Delta M}{\bar{M}} = \frac{0,74 \times 100 \%}{100,5} = 0,74 \% \text{ (отн.)}$$

Б.5.5 Рассчитывают абсолютную погрешность определения массовой доли хлората калия для хлората калия с содержанием основного вещества согласно паспорту $M=99,4\%$

$$\Delta M = \frac{0,74 \times 99,4}{100} = 0,74\% \text{ (абс.)}$$

Полученное значение ΔM (таблица Б.3) используют при расчете погрешности АС с содержанием хлорат-иона 1000 мг/дм^3 .

Таблица Б.3 – Метрологические характеристики реактива хлората калия

Содержание основного вещества, М, % (абс.)	Значения характеристики	
	Среднеквадратическое отклонение результатов измерений, S, % (абс.)	Погрешность измерения массовой доли, ΔM , % (абс.)
99,40	1,1	0,74

Б.5.6 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации хлорат-иона в АС хлорат-иона (ΔAC , мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$\Delta AC = AC \sqrt{\left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_k}{V_k}\right)^2},$$

где АС - аттестованное значение массовой концентрации хлорат-иона в АС, мг/дм^3 ;

М – массовая доля основного вещества хлората калия, %;

ΔM – погрешность установления массовой доли хлората калия, %;

m – масса навески хлората калия для приготовления АС хлорат-иона, г;

Δm – погрешность взвешивания навески хлората калия для приготовления АС хлорат-иона, г;

V_k – объем колбы для приготовления АС хлорат-иона, см^3 ;

ΔV_k – погрешность установления объема колбы для приготовления АС хлорат-иона, см^3 .

Б.5.7 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации хлорат-иона в АС хлорат-иона не должна превышать 1/3 погрешности общей ошибки методики измерений.

Б.6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с химическими реактивами, химической посудой в аналитической лаборатории операторы должны знать и соблюдать требования по безопасности в соответствии с разделом 5 МИ.

Б.7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К приготовлению АС хлорат-иона допускаются специалисты с высшим или со средним специальным образованием, имеющие опыт работы в химической лаборатории.

Б.8 ТРЕБОВАНИЯ К УПАКОВКЕ И МАРКИРОВКЕ

АС хлорат-иона помещают в стеклянную емкость с завинчивающейся крышкой, наклеивают этикетку с указанием наименования, массовой концентрации раствора, даты приготовления и срока хранения.

Б.9 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ

АС хлорат-иона хранят в емкости из темного стекла при температуре от $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ не более 3 месяцев.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННОЙ СМЕСИ
БРОМАТ-ИОНА**

В.1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика регламентирует процедуру приготовления аттестованной смеси (АС) бромат-иона предназначенной для установления градуировочной зависимости и контроля точности результатов количественного химического анализа анализа в питьевой воде, воде источников водоснабжения (подземных и поверхностных), воде подземных и поверхностных водных объектов на содержание бромат-иона методом ионной хроматографии.

Аттестацию АС бромат-иона проводят в соответствии с нормативными документами [8-10].

В.2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метрологические характеристики аттестованной смеси приведены в таблице В.1

Таблица В.1 – Метрологические характеристики АС бромат-иона

Аттестованная смесь	Значения характеристики	
	Аттестованное значение массовой концентрации	Погрешность аттестованного значения массовой концентрации при P=0,95
АС бромат-иона	1000,0	± 3,5

в мг/дм³

В.3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 210 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ Р 53228

Колбы мерные 2 класса точности вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770

Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227

Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры от 0 °С до 10 °С

Калия бромат с содержанием основного вещества не менее 99 %

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501

Примечание – Допускается использование других средств измерений, оборудования с техническими и метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не хуже указанных в п. В.3, в т.ч. импортных.

В.4 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АС

В.4.3 Приготовление АС бромат-иона

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят навеску 0,1475 г бромата калия, растворяют в воде для лабораторного анализа, доводят объем раствора до метки водой для лабораторного анализа.

Получают раствор бромата калия с массовой концентрацией бромат-иона 1000 мг/дм³.

В.4.4 Процедура приготовления АС обеспечивает требуемую однородность и стабильность состава в течение срока годности экземпляра АС при соблюдении условий хранения.

В.5 РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Погрешность массовой доли бромата калия определяют расчетно-экспериментальным методом.

В.5.1 Для расчета погрешности массовой доли бромата калия выполняют 11 независимых измерений растворов, приготовленных разбавлением АС, согласно 11.2. Измерения выполняют случайным образом.

По содержанию бромат-иона пересчитывают концентрацию бромата калия и содержание основного вещества бромата калия.

Полученные данные приведены в таблице В.2.

Таблица В.2- Определение содержания основного вещества бромата калия

Номер измерения	Содержание основного вещества, М, %, (абс.)
1	100,5
2	100
3	99,8
4	99,9
5	100
6	100,7
7	101
8	100,6
9	99,7
10	99,8
11	100,2
\bar{M}	100,2

В.5.2 Абсолютную погрешность измерения массовой доли бромата калия (ΔM) - доверительный интервал среднего \bar{M} , рассчитывают по формуле [11]

$$\Delta M = \frac{t_{\text{табл}}(P, f) \times S}{\sqrt{n}},$$

где $t_{\text{табл}}(P, f)$ — коэффициент Стьюдента;

S — среднеквадратическое отклонение результатов измерений;

n — количество измерений.

В.5.3 Рассчитывают среднеквадратическое отклонение (S) результатов измерений по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum (M_i - \bar{M})^2}{n-1}},$$

где M_i — результат единичного измерения содержания массовой доли бромата калия, мг/дм³;

\bar{M} — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли бромата калия, мг/дм³;

n — количество измерений.

В.5.4 Рассчитывают относительную погрешность определения среднего \bar{M}

$$\frac{\Delta M}{\bar{M}} = \frac{0,29 \times 100 \%}{100,2} = 0,28 \% \text{ (отн.)}$$

В.5.5 Рассчитывают абсолютную погрешность определения массовой доли бромата калия для бромата калия с содержанием основного вещества согласно паспорту $M=100,4\%$

$$\Delta M = \frac{0,28 \times 100,4}{100} = 0,28\% \text{ (абс.)}$$

Полученные значения ΔM (таблица В.3) используют при расчете погрешности АС с содержанием бромат-иона 1000 мг/дм^3 .

Таблица В.3 – Метрологические характеристики реактива бромата калия

Содержание основного вещества, М, % (абс.)	Значения характеристики	
	Среднеквадратическое отклонение результатов измерений, S, % (абс.)	Погрешность измерения массовой доли, ΔM , % (абс.)
100,4	0,43	0,28

В.5.6 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации бромат-иона в АС бромат-иона (ΔAC , мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$\Delta AC = AC \sqrt{\left(\frac{\Delta M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_k}{V_k}\right)^2},$$

где АС - аттестованное значение массовой концентрации бромат-иона в АС, мг/дм^3 ;

М – массовая доля основного вещества бромата калия, %;

ΔM – погрешность установления массовой доли бромата калия, %;

m – масса навески бромата калия для приготовления АС бромат-иона, г;

Δm – погрешность взвешивания навески бромата калия для приготовления АС бромат-иона, г;

V_k – объем колбы для приготовления АС бромат-иона, см^3 ;

ΔV_k – погрешность установления объема колбы для приготовления АС бромат-иона, см^3 .

В.5.7 Погрешность аттестованного значения массовой концентрации бромат-иона в АС бромат-иона не должна превышать 1/3 погрешности общей ошибки методики измерений.

В.6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе с химическими реактивами, химической посудой в аналитической лаборатории операторы должны знать и соблюдать требования по безопасности в соответствии с разделом 5 МИ.

В.7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К приготовлению АС бромат-иона допускаются специалисты с высшим или со средним специальным образованием, имеющие опыт работы в химической лаборатории.

В.8 ТРЕБОВАНИЯ К УПАКОВКЕ И МАРКИРОВКЕ

АС бромат-иона помещают в стеклянную емкость с завинчивающейся крышкой, наклеивают этикетку с указанием наименования, массовой концентрации раствора, даты приготовления и срока хранения.

В.9 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ

АС бромат-иона хранят в емкости из темного стекла при температуре от $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ не более 3 месяцев.



Муниципальное унитарное предприятие
по эксплуатации водопроводно-канализационного хозяйства
"УФАВОДОКАНАЛ"

ГОРОДСКОГО ОКРУГА ГОРОД УФА РЕСПУБЛИКИ БАШКОРТОСТАН

Аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № 01.00033-2013
на выполнение работ по аттестации методик (методов) измерений и
метрологической экспертизе документов

450098, Россия,
Республика Башкортостан
г.Уфа, ул.Российская, 157/2

тел.: (347) 284-68-30, 284-13-21
факс: (347) 284-15-50
e-mail: uwc@uwc.ufanet.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики (метода) измерений № УВК 1.106/01.00033-2013/2019

Методика измерений массовой концентрации хлорит-иона, хлорат-иона и бромат-иона
наименование методики, включая наименование измеряемой величины и при необходимости
в питьевой воде, воде источников водоснабжения и водных объектов методом ионной хро-
матографии, матографии.

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

разработанная МУП "Уфаводоканал" (Республика Башкортостан, 450098,
наименование и юридический адрес организации (предприятия), разработавшей методику
г. Уфа, ул. Российская, 157/2)

и содержащаяся в стандарте организации МУП УВК 1.106 – 2014 «Методика
обозначение и наименование документа
измерений массовой концентрации хлорит-иона, хлорат-иона и бромат-иона в питьевой во-
де, воде источников водоснабжения и водных объектов методом ионной хроматографии»
2019 г., на 20 стр.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с № 102-ФЗ, Приказом Минпромторга РФ
от 15.12.2015г. №4091 и ГОСТ Р 8.563-2009

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
разработке методики (метода) измерений

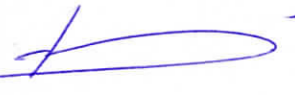
и экспериментальных исследований
теоретические (или) экспериментальные исследования

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика (метод) измере-
ний соответствует требованиям предъявляемым

ГОСТ Р 8.563-2009
нормативно-правовой документ (при наличии), ГОСТ Р 8.563 и другие документы

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 листах

Технический директор,
заместитель генерального
директора предприятия


В.В. Чернецов

Дата выдачи: 13.05.2019 г.

М.П.



**Приложение к свидетельству № УВК 1.106/01.00033-2013/2019
об аттестации методики измерений массовой концентрации хлорит-иона,
хлорат-иона и бромат-иона в питьевой воде, воде источников водоснабжения и водных
объектов методом ионной хроматографии
(МП УВК 1.106 - 2014)
на 2 листах**

1 Диапазон измерений, значения показателей* повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и точности¹⁾

Показатель	Диапазон измерений массовой концентрации	Показатель повторяемости результатов анализа (среднее квадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{rл}$	Показатель внутрилабораторной прецизионности результатов анализа (среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности) $\sigma_{Rл}$	в мг/дм ³
				Показатель точности результатов анализа (границы, в которых находится погрешность любого из совокупности результатов, полученных в лаборатории при реализации методики с принятой вероятностью P=0,95) $\pm \Delta_{\alpha}$
Хлорит-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,10X	0,16X	0,37X
Хлорат-ион	от 0,1 до 5 вкл.	0,06X	0,11X	0,25X
Бромат-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,12X	0,16X	0,38X

¹⁾ Установленные численные значения границ допускаемой абсолютной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности $U_{\text{лаб}}$ при коэффициенте охвата $k=2$.

2 Диапазон измерений, значения пределов* повторяемости и внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности P=0,95

Показатель	Диапазон измерений массовой концентрации	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами параллельных определений) $r_{л}$	в мг/дм ³
			Предел внутрилабораторной прецизионности (допускаемое расхождение для двух результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности) $R_{л}$
Хлорит-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,28X	0,44X
Хлорат-ион	от 0,1 до 5 вкл.	0,17X	0,30X
Бромат-ион	от 0,005 до 0,04 вкл.	0,33X	0,44X

* Значения показателей качества методики измерений и нормативов контроля приведены в виде зависимости от массовой концентрации определяемого показателя в пробе (X, мг/дм³).

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

– оперативный контроль процедуры выполнения измерений – на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;

– контроль стабильности результатов измерений – на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

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

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений устанавливаются во внутренних документах лаборатории.

Главный специалист
по контролю качества воды



И.А. Мельницкий

