

ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

ПНД Ф 14.1:2:4.178-02 «Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфид-ионов в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом с диметилпарафенилендиаминном»

Новая редакция названия МВИ: ПНД Ф 14.1:2:4.178-02 Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфидов, гидросульфидов и сероводорода в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом

(Внесены согласно протоколу № 3 заседания НТК ФГУ «ФЦАМ МПР России» от 29 апреля 2004 г.)

Свидетельство о метрологической аттестации № 224.01.03.066/2004

В п. 2 «Характеристики погрешности измерений» изменить содержание таблицы 1, используя следующие данные:

Таблица 1

Значения показателей точности, правильности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R, \%$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta_c, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta, \%$
Питьевые и природные воды				
от 0,002 до 0,01 вкл.	12	17	11	35
св. 0,01 до 0,2 вкл.	10	14	7	28
Сточные воды				
от 0,02 до 0,05 вкл.	10	14	9	29
св. 0,05 до 1,0 вкл.	8	12	8	25
св. 1,0 до 10 вкл.	6	9	7	19

Раздел 12 «Контроль погрешности методики КХА» заменить на раздел «Оценка приемлемости результатов измерений»:

12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (σ). Значения σ приведены в таблице 4.

12.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 4.

Таблица 4

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости
при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), г, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Питьевые и природные воды		
от 0,002 до 0,01 вкл.	34	48
св. 0,01 до 0,2 вкл.	28	39
Сточные воды		
от 0,02 до 0,05 вкл.	28	39
св. 0,05 до 1,0 вкл.	22	34
св. 1,0 до 10 вкл.	17	25

Добавить раздел 13 «Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории»:

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности погрешности и среднеквадратического отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности).

13.2. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля:

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = X - C,$$

где X – результат анализа;

C – аттестованное значение сульфидов в образце для контроля.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля K по формуле:

$$K = 0,01 * X * \delta_n,$$

где $\pm \delta_n$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

Примечание: На первом этапе допускается считать $\delta_n = 0,84 * \delta$, где δ – показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_k| \leq |K|,$$

процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.3. Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории.

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

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

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

620219, Екатеринбург,
ГСП-824,
ул. Красвоарыжская, 4

Факс: (3432) 502-039
Телефон: (3432) 502-618
E-mail: vnimr@vnimr.ru

4, Krasvoaryzskaya Str.,
620219, GSP-824, Ekaterinburg,
Russia

Fax: (3432) 502-039
Phone: (3432) 502-618
E-mail: vnimr@vnimr.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.066 / 2004
CERTIFICATE**

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфидов, гидросульфидов и сероводорода в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом, разработанная Аналитическим Центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (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, правильности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0.95$), $\pm\delta_s$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0.95$), $\pm\delta$, %
Питьевые и природные воды				
от 0.002 до 0.01 вкл.	12	17	11	35
св. 0.01 до 0.2 вкл.	10	14	7	28
Сточные воды				
от 0.02 до 0.05 вкл.	10	14	9	29
св. 0.05 до 1.0 вкл.	8	12	8	25
св. 1.0 до 10.0 вкл.	6	9	7	19

2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности $P=0.95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R , %
Питьевые и природные воды	
от 0.002 до 0.01 вкл.	48
св. 0.01 до 0.2 вкл.	39
Сточные воды	
от 0.02 до 0.05 вкл.	39
св. 0.05 до 1.0 вкл.	34
св. 1.0 до 10.0 вкл.	25

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрिलाбораторной прецизионности, погрешности)

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

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

4 Дата выдачи свидетельства: 10.03.2004
Зам. директора по научной работе



И.Е.Добровинский