



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

**«УТВЕРЖДАЮ»**  
Заместитель Министра  
В.Ф. Костин  
20 марта 1996 г.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**  
**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**  
**МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ**  
**ИОНОВ КОБАЛЬТА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ**  
**ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С НИТРОЗО-R-СОЛЬЮ**

**ПНД Ф 14.1:2.44-96**

**Методика допущена для целей государственного экологического контроля**

**Москва 1996 г.**  
**(издание 2004 г.)**

**В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.019/2004 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 сточных вод для определения в них ионов кобальта при массовой концентрации от 0,01 до 0,50 мг/дм<sup>3</sup> фотометрическим методом с нитрозо-R-солью.

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

Мешающее влияние, обусловленное присутствием в пробе меди, никеля, железа, цианидов, перекиси, персульфатов и восстановителей, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п. 9).

**1. ПРИНЦИП МЕТОДА**

Фотометрический метод определения массовой концентрации ионов кобальта основан на взаимодействии ионов кобальта с нитрозо-R-солью (1-нитрозо-2-нафтол-3,6-дисульфонатом натрия) с образованием окрашенного соединения состава  $Co(C_{10}H_4ONO(NaSO_3)_2)_3$ . Реакцию

Документ скачан с портала нормативных документов [www.OpenGost.ru](http://www.OpenGost.ru)



проводят в уксусно-ацетатной среде при pH близком к 5,5. Мешающее влияние окраски самого реактива устраняется измерением оптической плотности при  $\lambda = 520$  нм.

## 2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

| Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup> | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ± δ, % | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , % |
|--|--|---|--|
| от 0,01 до 0,05 вкл.                   | 39   | 13  | 15   |
| св. 0,05 до 0,50 вкл.                  | 23   | 8   | 9  |

Значения показателя точности методики используют при:

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

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

### 3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны  $\lambda = 520$  нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 30 мм.

ГСО с аттестованным содержанием кобальта с погрешностью не более 1 %.

Весы лабораторные, 2 класса точности, по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

### 3.2. Посуда

Колбы мерные 2-25(50; 100)-2 по ГОСТ 1770

Колбы конические Кн-1-200(100) по ГОСТ 25336

Пипетки мерные 6(7)-2-5(10), по ГОСТ 29227(\*)

**ПНД Ф 14.1:2.44-96 (\*) Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.**

Стаканы для взвешивания Н-1-150 ТСХ по ГОСТ 25336

Цилиндры 3-25(50, 100), по ГОСТ 1770

Выпарительные чашки 3(4) вместимостью 100 и 150 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336

### 3.3. Реактивы

Нитрозо-R-соль по ГОСТ 10553

Натрия ацетат по ГОСТ 199

Кислота серная по ГОСТ 4204

Кислота азотная по ГОСТ 4461



Перекись водорода 30 % по ГОСТ 10929  
Метилловый оранжевый, индикатор по ГОСТ 10816  
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709  
Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181  
Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а

#### 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 экстракционно-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». (\*)

ПНД Ф 14.1:2.44-96 (\*) *Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.*

7.1. Посуду для отбора проб тщательно моют хромовой смесью и промывают дистиллированной водой.

7.2. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отобранной пробы должен быть не менее 150 см<sup>3</sup>.

7.3. Пробу анализируют в день отбора проб или консервируют, прибавляя 5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты на 1 дм<sup>3</sup> пробы.

7.4. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указываются:

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 рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.



## 8.2. Приготовление вспомогательных растворов

### 8.2.1. Приготовление 0,1 %-ого раствора нитрозо-R-соли.

Навеску 0,1 г нитрозо-R-соли помещают в колбу и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, далее переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в сосуде из темного стекла.

### 8.2.2. Приготовление 50 % раствора ацетата натрия.

Навеску 50 г ацетата натрия помещают в колбу и растворяют в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

## 8.3. Приготовление растворов ионов кобальта из ГСО с аттестованным содержанием кобальта

### 8.3.1. Приготовление основного раствора ионов кобальта.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

В 1 см<sup>3</sup> раствора должно содержаться 5 мкг кобальта. Раствор готовят в день проведения анализа.

### 8.3.2. Приготовление рабочего раствора ионов кобальта.

Раствор готовят из основного раствора путем разбавления.

1 см<sup>3</sup> раствора должен содержать 0,5 мкг кобальта. Раствор готовят в день проведения анализа.

## 8.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы с массовой концентрацией кобальта 0,01 - 0,5 мг/дм<sup>3</sup>. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п. п. 6 и 10.

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

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки

| Номер образца | Массовая концентрация кобальта в градуировочных растворах в мг/дм <sup>3</sup> | Аликвотная часть раствора, помещенная в мерную колбу на 50 см <sup>3</sup> |   |
|---------------|--|--|---|
|               |  | Основной раствор с концентрацией 0,005 мг/см <sup>3</sup>                  | Рабочий раствор с концентрацией 0,0005 мг/см <sup>3</sup> |
| 1             | 0,00   | 0,0  | 0,0   |
| 2             | 0,01   |  | 0,5   |
| 3             | 0,02   |  | 1,0   |
| 4             | 0,04   |  | 2,0   |
| 5             | 0,06   |  | 3,0   |
| 6             | 0,10   | 0,5  |   |
| 7             | 0,20   | 1,0  |   |
| 8             | 0,30   | 1,5  |   |
| 9             | 0,50   | 2,5  |   |

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 не реже одного раза в месяц или при смене партий реактивов. Средствами контроля являются вновь



приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

$$|X - C| \leq 1,96\sigma_{Rл},$$

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

$C$  - аттестованное значение массовой концентрации кобальта в образце для градуировки;

$\sigma_{Rл}$  - 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:  $\sigma_{Rл} = 0,84\sigma_R$ , 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. Проба содержит медь, никель и железо

Медь, никель и железо образуют с нитрозо-R-солью окрашенные соединения, которые разрушаются при кипячении раствора с азотной кислотой, соединение кобальта при этом не изменяется.

### 9.2. Проба в присутствии комплексных цианидов, роданидов или тиосульфатов

Для устранения мешающего влияния комплексных цианидов, роданидов и тиосульфатов тяжелых металлов отбирают такой объем пробы, чтобы в нем содержалось не более 10 мг цианид-, роданид- и тиосульфат-ионов (а также других окисляемых активным хлором веществ) и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора гипохлорита, в 1 см<sup>3</sup> которого содержится 2,5 мг активного хлора. Раствор гипохлорита можно приготовить, растворяя в воде хлорную известь (8 г на 1 дм<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O), гипохлорит кальция или натрия, или пропуская хлор в раствор едкого натра. Определив в нем содержание активного хлора йодометрическим методом, раствор разбавляют дистиллированной водой до указанной выше концентрации. Дают пробе постоять 5 мин, затем приливают 5 см<sup>3</sup> разбавленной (1:3) серной кислоты и кипятят 20 мин.

### 9.3. Проба в присутствии органических веществ

Для устранения мешающего влияния органических веществ, которые могут образовывать с тяжелыми металлами комплексные соединения, отобранную пробу сразу или по частям переносят в чашку, выпаривают до объема 50 см<sup>3</sup>, подкисляют концентрированной серной кислотой по метиловому оранжевому, прибавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> 30 %-ного пероксида водорода (если проба содержала хроматы, они при этом восстановятся) и продолжают выпаривание до объема 15 - 20 см<sup>3</sup>, покрыв, если нужно, чашку часовым стеклом, чтобы избежать разбрызгивания жидкости.

Переносят содержимое чашки в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают еще 5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, смывая ею предварительно все, что могло



остаться на стенках чашки и добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Затем вносят несколько стеклянных шариков или капилляров, чтобы воспрепятствовать выбрасыванию жидкости толчками во время выпаривания, переносят колбу под тягу и выпаривают на плитке до появления густых паров серной кислоты.

Если жидкость не станет бесцветной, приливают еще 10 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание до появления паров серной кислоты.

Охладив раствор до комнатной температуры, его очень осторожно разбавляют дистиллированной водой до 50 см<sup>3</sup>, приливая воду по стенкам небольшими порциями, перемешивая после добавления каждой порции. Нагревают почти до кипения, чтобы растворить все растворимые соли, и фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель, собирая фильтрат в колбу. Первую колбу промывают двумя порциями по 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, пропуская ее через тот же фильтрующий тигель, чтобы растворить и присоединить к фильтрату оставшиеся в фильтре растворимые частицы. Фильтрат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, обмывая колбу, где он находился, двумя порциями по 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, после чего доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. В полученном растворе, примерно 3 н. по серной кислоте, определяют кобальт.

## 10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В коническую колбу наливают аликвотную часть пробы (или ранее подготовленной к анализу по п. 9), в которой содержится от 0,25 до 12 мкг кобальта (25 см<sup>3</sup> или меньший объем, разбавленный до 25 см<sup>3</sup>). Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора нитрозо-*R*-соли, 5 см<sup>3</sup> раствора ацетата натрия, кипятят 1 - 2 минуты, затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова кипятят 1 минуту.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой, перемешивают. Полученный раствор переносят в кювету и фотометрируют при  $\lambda = 520$  нм по отношению к холостому раствору.

При анализе пробы воды выполняют не менее двух параллельных определений.

## 11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание кобальта  $X$  (мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

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

где  $C$  - концентрация кобальта, найденная по градуировочному графику в 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:

$$|X_1 - X_2| \leq r (X_1 + X_2)/200, \quad (1)$$

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 0,01 до 0,05 вкл.                   | 36   |
| св. 0,05 до 0,50 вкл.                  | 22   |

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 0,01 до 0,05 вкл.                   | 42   |
| св. 0,05 до 0,50 вкл.                  | 25   |

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

## 12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

**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 кобальта в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация кобальта 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  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

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

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

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{d,x_{cp}}^2 + \Delta_{i,x_{cp}}^2}.$$

где  $\Delta_{d,x_{cp}}$ ,  $\Delta_{i,x_{cp}}$  - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации кобальта 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  $\Delta_d = 0,84\sigma$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

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

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

#### 13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = |C_{cp} - C|.$$





где  $C_{cp}$  - результат анализа массовой концентрации кобальта 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:

$$K = \Delta_L,$$

где  $\pm \Delta_L$  - 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:  $\Delta_L = 0,84\Delta$ , 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.<br>2.<br>среднее.  |   |             |                   |

### СОДЕРЖАНИЕ

Область применения

1. Принцип метода
2. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих
3. Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы
  - 3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование
  - 3.2. Посуда. 2
  - 3.3. Реактивы
4. Условия безопасного проведения работ
5. Требования к квалификации операторов
6. Условия выполнения измерений
7. Отбор и хранение проб воды
8. Подготовка к выполнению измерений
  - 8.1. Подготовка прибора
  - 8.2. Приготовление вспомогательных растворов
  - 8.3. Приготовление растворов ионов кобальта из ГСО с аттестованным содержанием кобальта
  - 8.4. Построение градуировочного графика



- 8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристик
  - 9. Устранение мешающих влияний
    - 9.1. Проба содержит медь, никель и железо
    - 9.2. Проба в присутствии комплексных цианидов, роданидов или тиосульфатов. 5
    - 9.3. Проба в присутствии органических веществ
  - 10. Выполнение измерений
  - 11. Обработка результатов измерений
  - 12. Оформление результатов измерений
  - 13. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории. 7
    - 13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок
    - 13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля
- Приложение. Форма записи результатов анализа