



---

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

«УТВЕРЖДАЮ»  
Заместитель Министра  
\_\_\_\_\_ В.Ф. Костин  
«20» марта 199 \_ г.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА  
В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ  
МЕТОДОМ С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ.**

**ПНД Ф 14.1:2.50-96**

МЕТОДИКА ДОПУЩЕНА ДЛЯ ЦЕЛЕЙ ГОСУДАРСТВЕННОГО  
ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ

**МОСКВА 1996 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 № 224.01.03.025/2004 в МВИ внесены изменения (Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).**

**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий документ устанавливает фотометрическую методику количественного химического анализа проб природных и сточных вод для определения в них железа общего при массовой концентрации от 0,10 до 10,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Если массовая концентрация общего железа в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация общего железа соответствовала регламентированному в таблице 1 диапазону.

Если массовая концентрация общего железа в анализируемой пробе ниже минимально определяемой, то допускается концентрирование.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ, нитритов, полифосфатов и др. устраняется специальной подготовкой пробы (см. п. 9).

При наличии в анализируемой пробе ионов хрома и цинка в количествах, превышающих в 10 раз концентрацию железа; меди и кобальта в концентрациях, превышающих 2,0 мг/дм<sup>3</sup> - следует использовать другой метод.



## 1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации общего железа основан на образовании сульфосалициловой кислоты или ее натриевой солью с солями железа окрашенных комплексных соединений, причем в слабокислой среде сульфосалициловая кислота реагирует только с солями железа<sup>(3+)</sup> (красное окрашивание), а в слабощелочной среде - с солями железа<sup>(2+)</sup> и <sup>(3+)</sup> (желтое окрашивание).

Оптическую плотность окрашенного комплекса для железа общего измеряют при длине волны  $\lambda = 425$  нм, для железа<sup>(3+)</sup>, при длине волны  $\lambda = 500$  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

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), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	30	8	12
св. 1,0 до 5,0 вкл.	15	4	6
св. 5,0 до 10,0 вкл.	10	3	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 измерения, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны  $\lambda = 425$  и  $\lambda = 500$  нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 и 50 мм.

Весы лабораторные, 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16 0 801 397

ГСО с аттестованным содержанием железа.

### 3.2. Посуда

Колбы мерные 2-(2)-25 (50, 100, 1000)-2, ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250 ТС, ГОСТ 25336.

Пипетки мерные 4(5)-2-1(2),

6(7)-2-5(10), ГОСТ 29227\*).

\*) Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.



Бутылы из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 250 - 500 см<sup>3</sup> для отбора и хранения проб.

### 3.3. Реактивы

Аммоний хлористый, ГОСТ 3773.  
Кислота соляная, ГОСТ 3118.  
Кислота азотная, ГОСТ 4461.  
Кислота серная, ГОСТ 4204.  
Кислота сульфосалициловая, **ГОСТ 4478\***.  
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709  
Квасцы железоаммонийные по ТУ 6-09-5359 или ГОСТ 4205.  
Аммиак водный, ГОСТ 3760.  
Натрий хлористый, ГОСТ 4233.  
Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181.  
Все реактивы должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

\*) Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.

## 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 фотоэлектроколориметра.

## 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»\***.

\*) Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.

### 7.1. Подготовка посуды для отбора проб

Бутылы для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, обрабатывают раствором азотной кислоты (1:1), тщательно промывают водопроводной, затем 3 - 4 раза дистиллированной водой.



7.2. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 250 см<sup>3</sup>.

7.3. Если анализ выполняется в течение суток, пробу отбирают не консервируя. При невозможности выполнения анализа в указанные сроки пробу обрабатывают одним из следующих способов:

- если необходимо определять сумму растворенной и нерастворенной форм железа, к пробе добавляют 2 см<sup>3</sup> концентр. соляной кислоты или 2,5 см<sup>3</sup> концентр. азотной кислоты на каждые 100 см<sup>3</sup> пробы;

- если необходимо определять железо растворенное, то отобранную пробу сразу фильтруют через мембранный фильтр (0,35 - 0,45 мкм), поместив в приемную колбу 1 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты на каждые 100 см<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 растворов

#### 8.2.1. Приготовление 20 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты.

Навеску сульфосалициловой кислоты (20,0 г) помещают в колбу, растворяют в 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### 8.2.2. Приготовление раствора аммиака (1:1).

Смешивают равные части аммиака концентрированного и дистиллированной воды.

#### 8.2.3. Приготовление раствора хлорида аммония.

Навеску хлорида аммония (107 г) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения - 1 неделя.

#### 8.2.4. Приготовление основного раствора железа из ГСО с аттестованным содержанием.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

1 дм<sup>3</sup> раствора должен содержать 100 мг железа.

Срок хранения - один месяц.

#### 8.2.5. Приготовление рабочего раствора железа.

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

В 1 дм<sup>3</sup> раствора содержится 10 мг железа.

### 8.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией железа от 0,1 до 10,0 мг/дм<sup>3</sup>. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п. 6 и 10.

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



Состав и количество образцов для построения градуировочных графиков 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 железа

Номер образца	Массовая концентрация ионов железа в градуировочных растворах в мг/дм <sup>3</sup>	Аликвотная часть раствора (см <sup>3</sup> ), помещаемая в мерную колбу на 100 см <sup>3</sup>	
		Рабочий раствор с концентрацией 10 мг/дм <sup>3</sup> (градуиров. график 1)	Основной раствор с концентрацией 100 мг/дм <sup>3</sup> (градуиров. график 2)
1	0,00	0,00	
2	0,10	1,00	
3	0,25	2,50	
4	0,50	5,00	
5	0,75	7,50	
6	1,00	10,00	1,00
7	2,50		2,50
8	5,00		5,00
9	7,50		7,50
10	10,00		10,00

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>.

#### 8.4. 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:

$$|X - C| \leq 1,96\sigma_{\text{вн}}$$

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

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

$\sigma_{\text{вн}}$  - 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:  $\sigma_{\text{вн}} = 0,84\sigma_R$ , 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.** Измерению концентрации железа с применением раствора сульфосалициловой кислоты мешает собственная окраска пробы. Если окраска пробы сохраняется после проведения пробоподготовки (п. 9.2), то окрашенную пробу обрабатывают по п. 10.1, но без добавления сульфосалициловой кислоты. Измеряют оптическую плотность и найденную величину вычитают из полученного результата.

**9.2.** Для устранения мешающего влияния органических веществ пробу озоляют. При озолении пробы, в стакан из термостойкого стекла вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают объем пробы сточной воды в зависимости от содержания в ней железа (0,1 - 10,0 мг/дм<sup>3</sup>). Последовательно прибавляют 2,0 и 5,0 см<sup>3</sup> концентрированной серной и азотной кислоты соответственно, накрывают часовым стеклом и кипятят смесь до появления густого белого дыма, после чего нагревание прекращают. Раствор охлаждают до комнатной температуры, разбавляют дистиллированной водой и нагревают до кипения для растворения труднорастворимых солей, фильтруют (в случае необходимости), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и проводят анализ по п. 10.

## 10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 10.1. Определение железа общего (Fe<sup>2+</sup> и Fe<sup>3+</sup>)

Если в обработке пробы по п. 9.2 нет необходимости, то к отобранному объему (100 см<sup>3</sup> и менее) добавляют 0,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты концентрированной и упаривают раствор до 1/3 объема.

Полученный раствор с концентрацией железа от 0,1 до 10,0 мг/дм<sup>3</sup> **фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 2,0 см<sup>3</sup> аммония хлористого (п. 8.2.3), 2,0 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты (п. 8.2.1), 2,0 см<sup>3</sup> аммиака (п. 8.2.2), рН раствора должен составлять 7 - 8 (по индикаторной бумаге). Доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают и оставляют на 5 мин до развития окраски<sup>\*)</sup>**. Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волны  $\lambda = 425$  нм в кювете с длиной поглощающего слоя 50 или 10 мм по отношению к холостому раствору, проведенному с дистиллированной водой через весь ход анализа. По градуировочному графику находят содержание железа общего.

<sup>\*)</sup> Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ «ЦЭКА» МПР России от 30 мая 2001 г.

### 10.2. Определение железа (Fe<sup>3+</sup>)

Определение можно проводить только в тех случаях, когда пробу не обрабатывали с целью разрушения органических компонентов, и не кипятили, т.к. при этом железом<sup>(2+)</sup> окисляется до железа<sup>(3+)</sup>.

Пробу объемом 80,0 см<sup>3</sup> и менее, в зависимости от концентрации, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором аммиака или соляной кислоты до рН 3 - 5 по индикаторной бумаге, прибавляют 2 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты (п. 8.2.1), доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают и оставляют на 5 мин до полного развития окраски.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волны  $\lambda = 500$  нм в кювете с длиной поглощающего слоя 10 или 50 мм по отношению к холостому раствору, проведенного таким же способом с дистиллированной водой. По градуировочному графику находят содержание железа общего.





## 11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание железа рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 100}{V},$$

где  $X$  - содержание железа, мг/дм<sup>3</sup>;

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

100 - объем, до которого была разбавлена проба, 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), $r$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	22
св. 1,0 до 5,0 вкл.	11
св. 5,0 до 10,0 вкл.	8

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 0,1 до 1,0 вкл.	34
св. 1,0 до 5,0 вкл.	17
св. 5,0 до 10,0 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  $X_{cp} \pm \Delta_L$ ,  $P = 0,95$ , при условии  $\Delta_L < \Delta$ ,

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

$\pm \Delta_L$  - 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 железа в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация железа 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.

**12.3.** Если массовая концентрация железа в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование. В этом случае одновременно с анализируемой пробой ведут контрольный анализ аттестованного раствора с содержанием железа, соответствующим его содержанию в исходной рабочей пробе. Результат анализа исходной рабочей пробы признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$|X - C| < K.$$

где  $X$  - результат контрольного измерения массовой концентрации железа в образце для контроля (стандартном растворе);

$C$  - аттестованное значение массовой концентрации железа в образце для контроля (стандартном растворе);

$K$  - норматив оперативного контроля процедуры анализа.

$K = \Delta''$  - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину концентрирования пробы.

### 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 внутрилабораторной 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:





$$K_x = |X'_{sp} - X_{sp} - C_0|$$

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

$X_{sp}$  - результат анализа массовой концентрации железа в исходной пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{1,x_i}^2 + \Delta_{1,x_0}^2}$$

где  $\Delta_{1,x_i}$ ,  $\Delta_{1,x_0}$  - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации железа 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:  $\Delta_{1,0,84}$ , 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:

$$K_k = |C_{sp} - C|$$

где  $C_{sp}$  - результат анализа массовой концентрации железа 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:

$$K = \Delta_{\pm}$$

где  $\pm \Delta_{\pm}$  - 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:  $\Delta_{\pm,0,84}$ , 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 1**  
(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.

**Приложение 2**  
(рекомендуемое)

**1. Приготовление основного стандартного раствора из соли железа.**

Навеску железоаммонийных квасцов (0,8634 г) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки.

В 1 дм<sup>3</sup> раствора содержится 100 мг железа.

Срок хранения - один месяц.

**1.1. Приготовление рабочего стандартного раствора из основного стандартного раствора.**

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного стандартного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

В 1 дм<sup>3</sup> раствора содержится 10 мг железа.

**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, Факс: (3432) 502-117  
ГСП-824, ул.

Красноармейская, 4, каб. 224

**Телефон: (3432) 502-295**

Dept. 224, 4, Fax: (3432) 502-117  
Krasnoarmeyskaya Str., Phone: (3432) 502-295

620219, GSP-824, E-mail:  
Ekaterinburg, Russia

E-mail:



## СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.025/2004

## CERTIFICATE

## об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации общего железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой, 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 $P = 0,95$ ), $\pm \delta$ , %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	30	8	12
св. 1,0 до 5,0 вкл.	15	4	6
св. 5,0 до 10,0 вкл.	10	3	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 0,1 до 1,0 вкл.	22	34
св. 1,0 до 5,0 вкл.	11	17
св. 5,0 до 10,0 вкл.	8	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 регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004 г.

Зам. директора по научной работе

И.Е. Добровинский



## СОДЕРЖАНИЕ

Область применения

1. Принцип метода
2. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих
3. Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, 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
9. Устранение мешающих влияний
10. Выполнение измерений
11. Обработка результатов измерений
12. Оформление результатов анализа
13. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории

**Приложение 1. Форма записи результатов анализа**

Приложение 2.