

FEDERAL STATE  
UNITARY ENTERPRISE  
"D.I.MENDELEYEV INSTITUTE  
FOR METROLOGY"  
(VNIIM)



ФЕДЕРАЛЬНОЕ  
ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
"ВНИИМ  
им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"

19, Moskovsky pr.,  
St. Petersburg,  
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14  
Phone: 7 (812) 251-76-01  
e-mail: info@vniim.ru  
http:// www.vniim.ru

190005, Россия,  
г. Санкт-Петербург  
Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14  
Телефон: 7 (812) 251-76-01  
e-mail: info@vniim.ru,  
http://www.vniim.ru

## СВИДЕТЕЛЬСТВО CERTIFICATE

00144

об аттестации методики (метода) измерений

№ 108/242–(01.00250-2008)–2011

Методика измерений массовой концентрации фосфат-ионов в пробах питьевой и природных вод, разработанная ЗАО "Крисмас+" (191180, С.-Петербург, наб. Фонтанки, 102) и регламентированная в документе МВИ-05-240-10 "Методика измерений массовой концентрации фосфат-ионов в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта "Ортофосфаты", Санкт-Петербург, 2010 (9 стр.), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства: 24 февраля 2011 г.

Заместитель директора  
по научной работе и инновациям



В. С. Александров



## МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Диапазон измерений массовой концентрации фосфат-ионов в пробах питьевой и природных вод от 0,10 до 3,5 мг/дм<sup>3</sup>.

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата  $k = 2$ ) составляет 20 %.

Примечания:

1. Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности  $\pm 20$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .
2. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении к свидетельству.
3. Метрологические характеристики методики соответствуют требованиям ГОСТ 27384–2002 "Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств" в отношении питьевой и природных вод.

### НОРМАТИВЫ

Наименование операции	№ пункта в документе на методику	Контролируемая характеристика	Норматив
Проверка приемлемости значений оптической плотности растворов в трех сериях измерений при установлении градуировочной характеристики	7.2.3	Размах значений оптической плотности в ряду из трех значений, отнесенный к среднему арифметическому	$Q_D = 20$ % для растворов 1 – 2 $Q_D = 8$ % для растворов 3 – 6 ( $P = 0,95$ )
Проверка приемлемости результатов параллельных определений	10.3	Модуль разности результатов двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	$r = 8$ % в диапазоне от 0,10 до 1,0 мг/дм <sup>3</sup> и $r = 3$ % в диапазоне св. 1,0 мг/дм <sup>3</sup> ( $P = 0,95$ )
Контроль градуировочной характеристики	12.1	Модуль относительного отклонения найденного значения массовой концентрации фосфат-ионов в контрольном растворе от приписанного значения	$K_{ГХ} = 10$ % для раствора 2 и $K_{ГХ} = 5$ % для раствора 6
Контроль правильности измерений методом добавок (при оценке пригодности методики для анализа ранее неисследованных типов вод)	12.2	По формуле (8) в документе на методику	По формуле (9) в документе на методику

Ведущий специалист

Р. Л. Кадис

Руководитель научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов  
в области физико-химических измерений

Л. А. Конопелько



**Бюджет неопределенности измерений  
массовой концентрации фосфат-ионов в пробах питьевой и природных вод  
фотометрическим методом на основе тест-комплекта "Ортофосфаты"**

Источник неопределенности	Относительная стандартная неопределенность %
1. Градуировка	
- использование номинального значения ГСО <sup>1</sup>	2,9
- приготовление основного стандартного раствора фосфат-ионов <sup>2</sup>	0,3
- приготовление стандартных растворов № 1 и № 2	0,3
- приготовление серии растворов при градуировке	0,8
- линейная аппроксимация ГХ <sup>3</sup>	7,5
2. Прецизионность результатов измерений (варьируемый фактор – оператор) <sup>4</sup> :	
от 0,10 до 1,0 мг/дм <sup>3</sup> ;	4,6
св. 1,0 до 3,5 мг/дм <sup>3</sup>	2,2
3. Разбавление пробы	
от 0,10 до 1,0 мг/дм <sup>3</sup> ;	-
св. 1,0 до 3,5 мг/дм <sup>3</sup>	0,4
4. Температура окружающего воздуха <sup>5</sup>	0,2
<b>Относительная суммарная стандартная неопределенность <i>u</i></b>	
от 0,10 до 1,0 мг/дм <sup>3</sup>	9,3
св. 1,0 до 3,5 мг/дм <sup>3</sup>	8,4
<b>Относительная расширенная неопределенность <i>U</i> (<i>k</i> = 2), %</b>	
от 0,10 до 1,0 мг/дм <sup>3</sup> ;	18,6
св. 1,0 до 3,5 мг/дм <sup>3</sup>	16,8
принято для всего диапазона	<b>20</b>

Примечания:

1. Оценка неопределенности получена исходя из диапазона аттестованных значений ГСО 7748-99 от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>.
2. При приготовлении основного стандартного раствора фосфатов из реактива (калия фосфорнокислого однозамещенного) оценка неопределенности составляет 0,2 %.
3. Неопределенность (в величине концентрации) вычислена по отношению к нижней границе диапазона измерений по данным градуировочного эксперимента, состоящего в измерении оптической плотности трех серий градуировочных растворов, приготовленных в разные дни.

4. Найдено по результатам анализа проб воды, выполненного двумя операторами в двух лабораториях (ХАЦ "Арбитраж" и ПЛК ЗАО "Крисмас+"). Эксперимент проведен в ноябре-декабре 2010 г., общее число проб – 27.

5. Вычислено по формуле  $u_t = \frac{\alpha \Delta_t}{2\sqrt{3}}$  в предположении прямоугольного распределения

значений температуры в диапазоне от 10 °С до 35 °С,

где:  $u_t$  - относительная стандартная неопределенность, связанная с изменением температуры растворов;

$\alpha = 2,1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  - коэффициент объемного расширения воды и разбавленных водных растворов;

$\Delta_t = 25 \text{ } ^\circ\text{C}$  - диапазон значений температуры.

Ведущий специалист



Р.Л. Кадис