

**Научно-производственное объединение
ЗАО «Крисмас+»**

МВИ-01-190-09

**Методика выполнения измерений массовой
концентрации железа общего в пробах
питьевой и природных вод
фотоколориметрическим методом
на основе тест-комплекта «Железо»**

Регистрационный код методик измерений
по Федеральному реестру

ФР.1.31.2009.06499

Санкт-Петербург

2015

Методика рассмотрена и одобрена федеральным
государственным унитарным предприятием «Всероссийский
научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И.Менделеева»).

Настоящее издание методики действует до выхода нового
издания.

Разработчик:

Научно-производственное объединение ЗАО «Крисмас+»

Адрес: 191180, Санкт-Петербург, наб. р. Фонтанки, 102

191119, Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, 6

Тел.: (812) 575-88-14, 575-54-05, 764-61-42

Факс: (812) 325-34-79 (круглосуточно)

E-mail: info@christmas-plus.ru

Право тиражирования и реализации методики принадлежит
разработчику.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ	3
2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ.....	3
3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ.....	4
3.1. Средства измерений.....	4
3.2. Вспомогательные устройства	4
3.3. Материалы и реактивы	4
4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА.....	5
6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	5
7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	6
7.1. Приготовление растворов	6
7.2. Установление градуировочной характеристики.....	7
8. ОТБОР ПРОБ	10
9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	10
10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	10
11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....	11
12. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ.....	12
СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики выполнения измерений	14
Бюджет неопределенности измерений	16

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации общего железа в пробах питьевой и природных вод в диапазоне от 0,05 до 2,0 мг/дм³. Методика предусматривает использование комплектующих и реактивов в составе переносного тест-комплекта «Железо» (ТУ 2643-600-82182574-08) и предназначена для применения, как в полевых, так и в лабораторных условиях.

ПДК железа в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,3 мг/дм³.

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Относительная расширенная неопределенность измерений по данной методике (при коэффициенте охвата $k = 2$) составляет:

- 36 % в диапазоне от 0,05 до 0,10 мг/дм³;
- 20 % в диапазоне свыше 0,10 до 1,0 мг/дм³;
- 12 % в диапазоне свыше 1,0 мг/дм³.

Примечание. Указанные неопределенности соответствуют границам относительной погрешности $\pm 36 \%$, $\pm 20 \%$ и $\pm 12 \%$, соответственно, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения общего железа соответствует ГОСТ 4011 и основан на способности катиона железа (II) в интервале pH 3–9 образовывать с орто-фенантролином комплексное оранжево-красное соединение. Железо (III) восстанавливают до железа (II) солянокислым гидроксиламином в ацетатном буферном растворе, pH 4,5–4,7. Таким образом, данным методом определяют суммарное содержание железа в растворе. Интенсивность окрашивания, измеряемая при длине волны 505 нм, пропорциональна концентрации железа в анализируемой пробе.

Определению мешают медь и кобальт в концентрациях более 5 мг/дм³, никель — более 2 мг/дм³, марганец — более 50 мг/дм³, а также избыточные содержания цианидов, нитритов, полифосфатов.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерений

Фотоколориметр типа «Экотест-2020», ТУ4215-010-41541647-2005, или фотоэлектроколориметр другого типа (например, «Эксперт-003») или спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность растворов при длине волны 505 нм; кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Весы лабораторные ВЛР-200 или аналогичные с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания в пределах $\pm 0,25$ мг (до 25 г).

Весы лабораторные Adveturer или аналогичные с наибольшим пределом взвешивания 1000 г и допускаемой погрешностью взвешивания 0,02 г.

Колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 2–1–2–1, 2–1–1–2, 2–2–2–5, 2–2–2–10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1–50–2, 1–100–2, 1–500–2 по ГОСТ 1770.

Стандартный образец состава водного раствора ионов железа (III), например, ГСО 8032-94 (комплект № 5К-1) или реактив — соль Мора, хч по ГОСТ 4208.

Примечание. Указанные средства измерений необходимы для приготовления растворов и установления градуировочной характеристики в условиях лаборатории.

3.2. Вспомогательные устройства

Воронки стеклянные лабораторные В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические с пришлифованными пробками Кн-1-250-29/32 ТС, Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

3.3. Материалы и реактивы

Аммоний уксуснокислый, чда по ГОСТ 3117.

Гидроксиламин солянокислый, чда по ГОСТ 5456.

Кислота соляная, хч по ГОСТ 3118.

Кислота уксусная, хч по ГОСТ 61.

Орто-фенантролин солянокислый, производства фирмы «CHEMAROL», Чешская Республика.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные «синяя лента», «белая лента» по ТУ 6-09-1678.

Примечание. Растворы входят в состав тест-комплекта «Железо». Указанные реактивы необходимы в случае самостоятельного приготовления растворов в условиях лаборатории.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений соблюдают следующие требования.

К работе допускаются лица не моложе 18 лет, обученные для проведения данного вида работ и прошедшие инструктаж по правилам техники безопасности.

Оператор должен соблюдать меры предосторожности при работе с химическими реактивами (ГОСТ 12.1.007–76), требования пожарной безопасности (ГОСТ 12.1.004–91). Он должен быть ознакомлен со специфическими свойствами и действием на организм человека вредных веществ (концентрированная соляная кислота), применяемых в данной МВИ.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Измерения выполняются лаборантом, имеющим опыт работы в области аналитической химии (фотоколориметрии), прошедшим проверку знаний по технике безопасности, пожарной безопасности и промышленной санитарии и сдавшим экзамен на право допуска к самостоятельной работе.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие условия:

- температура воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 630 до 800 мм рт. ст.;
- относительная влажность воздуха не более 90 % при 25°С.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- приготовление растворов;
- подготовка средств измерений;
- установление градуировочной характеристики.

Примечания:

1. Вспомогательные растворы входят в состав тест-комплекта «Железо». При необходимости эти растворы готовят самостоятельно, в условиях лаборатории, следуя пп. 7.1.1–7.1.5.
2. Установление градуировочной характеристики (п. 7.2) проводят в условиях лаборатории.

7.1. Приготовление растворов

7.1.1. Приготовление раствора орто-фенантролина

0,50 г ($\pm 0,01$ г) орто-фенантролина растворяют в стакане в 500 см³ дистиллированной воды, подкисленной 15–20 каплями соляной кислоты (1:1). Раствор хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой. Срок хранения раствора — 1 год.

7.1.2. Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина

25,0 г ($\pm 0,1$ г) солянокислого гидроксиламина растворяют в стакане в 225 см³ дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром. Раствор хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой. Срок хранения раствора — 1 год.

7.1.3. Приготовление ацетатного буферного раствора (pH = 4,5 $\pm$ 0,1)

250,0 г ($\pm 0,1$ г) уксуснокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 120 см³ дистиллированной воды, прибавляют 700 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят объем до 1000 см³ дистиллированной водой. (**Техника безопасности!**) Раствор хранят при комнатной температуре в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей. При наличии в растворе помутнения или хлопьевидного осадка раствор следует заменить свежеприготовленным. Срок хранения раствора — 1 год.

7.1.4. Приготовление раствора соляной кислоты (0,1 моль/л экв.)

Содержимое ампулы стандарт-титра HCl 0,1 моль/л экв. количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и дово-

дят объем раствора до метки дистиллированной водой. Перемешивают. Полученный раствор имеет концентрацию 0,1 моль/л экв.

7.1.5. Приготовление стандартных растворов

7.1.5.1. Приготовление основного стандартного раствора из ГСО 8032-94 (комплект № 5К-1) с аттестованным содержанием железа 1,0 мг/см³.

5,0 см³ стандартного раствора из ампулы с помощью пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора до метки раствором соляной кислоты (0,1 моль/л экв.).

1 см³ раствора должен содержать 0,10 мг железа.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

7.1.5.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа. 10,0 см³ основного стандартного раствора (п. 7.1.5.1) с помощью пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см³ раствора содержится 0,010 мг железа.

Срок хранения раствора — 1 сутки.

7.1.5.3. Приготовление основного стандартного раствора из соли железа.

Навеску (0,702 ± 0,001) г соли Мора взвешенную на аналитических весах, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, прибавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

В 1 см³ раствора содержится 0,10 мг железа.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

7.1.5.4. Приготовление рабочего стандартного раствора

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа. 10,0 см³ основного стандартного раствора с помощью пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см³ раствора содержится 0,010 мг железа.

7.2. Установление градуировочной характеристики

7.2.1. Готовят серию градуировочных растворов. В ряд мерных колб вместимостью 50 см³ с помощью пипеток вместимостью 1, 2, 5 и

10 см³ вносят определенный объем рабочего стандартного раствора согласно таблице 1.

Таблица 1

	Номер градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего стандартного раствора (п. 7.1.5.2, 7.1.5.4), см ³	0,25	0,5	1,0	2,0	3,5	5,0	10,0
Дистиллированная вода, см ³	до 50						
Масса железа в растворе, мкг	2,5	5,0	10	20	35	50	100
Массовая концентрация железа в растворе, мг/дм ³	0,05	0,1	0,2	0,4	0,7	1,0	2,0

Колбы закрывают пробками и тщательно перемешивают растворы.

С помощью мерной пипетки в ряд склянок из тест-комплекта помещают по 10,0 см³ каждого градуировочного раствора. В каждую склянку добавляют 0,2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают, добавляют 1,0 см³ ацетатного буферного раствора, перемешивают и добавляют 0,5 см³ раствора орто-фенантролина, перемешивают.

Выдерживают растворы в склянках 20 мин для полного развития окраски. Измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны $\lambda = 505$ нм относительно холостой пробы. Регистрируют среднее из трех значений оптической плотности.

Для приготовления холостой пробы в склянку вносят 10,0 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают, добавляют 1,0 см³ ацетатного буферного раствора, перемешивают и добавляют 0,5 см³ раствора орто-фенантролина, перемешивают, выдерживают 20 мин перед фотоколориметрированием.

7.2.2. Всего готовят и обрабатывают три серии градуировочных растворов (желательно, в разные дни), каждая серия включает холостую пробу и семь растворов с массовой концентрацией железа в диапазоне от 0,05 до 2,0 мг/дм³ (табл. 1).

7.2.3. Полученные значения оптической плотности используют для установления градуировочной характеристики, предварительно проверив их приемлемость. Для каждого i -го градуировочного рас-

творы сравнивают максимальное и минимальное значения оптической плотности, полученные в трех сериях растворов, проверяя выполнение условия:

$$|D_{i\max} - D_{i\min}| \leq Q_D, \quad (1)$$

где $D_{i\max}$ — максимальное значение оптической плотности i -го градуировочного раствора;
 $D_{i\min}$ — минимальное значение оптической плотности i -го градуировочного раствора;
 $Q_D = 0,020$ — норматив контроля ($P = 0,95$).

При несоблюдении условия (1) для градуировочного раствора i заново готовят три раствора заданной концентрации, получают соответствующие значения оптической плотности и проверяют их приемлемость.

7.2.4. Градуировочную характеристику аппроксимируют линейной зависимостью

$$D = aC + b, \quad (2)$$

где D — оптическая плотность раствора;
 C — массовая концентрация железа в растворе, мг/дм³;
 a и b — градуировочные коэффициенты, определяемые по значениям C (последняя строка в табл.1) и экспериментальным значениям D .

Коэффициенты a и b находят с помощью программного обеспечения, прилагаемого к фотоколориметру «Экотест-2020», или с помощью иной подходящей компьютерной программы обработки данных, реализующей метод наименьших квадратов. Для каждого i -го градуировочного раствора вводят среднее значение оптической плотности в трех сериях растворов.

7.2.5. Проводят проверку приемлемости градуировочной характеристики путем ее визуального анализа и оценки остаточного стандартного отклонения с помощью программы обработки данных. Градуировочную характеристику считают приемлемой, если выполняется условие

$$s_0 \leq S, \quad (3)$$

где s_0 — остаточное стандартное отклонение;
 $S = 0,005$ — норматив.

7.2.6. Градуировочную зависимость устанавливают заново после ремонта фотоколориметра, при смене партий реактивов, после длительных перерывов в работе, а также после неудовлетворительных результатов контроля по п. 11.1.

8. ОТБОР ПРОБ

8.1. Отбор проб воды проводят с учетом требований ГОСТ Р 51592.

8.2. Пробы воды отбирают в чистые стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой, с плотно закрывающимися пробками, обеспечивающими герметичность. Объем отобранной пробы должен быть не менее 1,0 дм³. Пробы, содержащие взвеси твердых частиц, предварительно фильтруют через бумажный фильтр.

8.3. Пробы анализируют в день отбора, а если такой возможности нет, то пробу консервируют добавлением 20 см³ концентрированной соляной кислоты на 1,0 дм³ воды и хранят не более 2 суток при температуре (3-4) °С.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Это сокращённая (ознакомительная) версия.

Полную версию методики можно приобрести на официальном сайте группы компаний «Крисмас»:

https://christmas-plus.ru/catalog/dokumentatsiya/metodiki_izmereniy/metodiki_izmereniy_zao_krismas_/

За дополнительной информацией обращайтесь:

+7 (800) 302-92-25 (звонок по России бесплатный)

+7 (812) 575-54-07

+7 (812) 575-50-81

+7 (812) 575-55-43

+7 (812) 575-57-91

E-mail: info@christmas-plus.ru

10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Массовую концентрацию железа C , мг/дм³, для каждого из двух параллельных определений вычисляют по формуле

$$C = \frac{D - b}{a}, \quad (4)$$

где D — оптическая плотность раствора (п. 9.1);
 a и b — градуировочные коэффициенты, (п. 7.2.4);

Примечание. Вычисления проводят с помощью программного обеспечения, прилагаемого к фотоколориметру «Экотест — 2020».

10.2. Проверяют приемлемость результатов параллельных определений, проверяя выполнение условия

$$|C_1 - C_2| \leq r, \quad (5)$$

где C_1 и C_2 — результаты первого и второго определений, мг/дм³;
 r — норматив контроля ($P = 0,95$), равный 0,015 мг/дм³ в диапазоне от 0,05 до 1,0 мг/дм³ и 0,05 мг/дм³ в диапазоне свыше 1,0 мг/дм³.

При выполнении условия (5) переходят к п. 11.1.

При невыполнении условия (5) операции по пп. 9.1–9.2 повторяют.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Результаты измерений записывают в виде

$$(C_{\text{ср}} \pm U) \text{ мг/дм}^3, \quad (6)$$

где неопределенность измерений U зависит от найденного значения массовой концентрации железа:

$U = 0,36 C_{\text{ср}}$ в диапазоне от 0,05 до 0,10 мг/дм³;

$U = 0,20 C_{\text{ср}}$ в диапазоне свыше 0,10 до 1,0 мг/дм³ и

$U = 0,12 C_{\text{ср}}$ в диапазоне свыше 1,0 мг/дм³.

11.2. Результаты измерений округляют по следующим правилам:

— до трех цифр после запятой в диапазоне от 0,050 до 0,099 мг/дм³;

— до двух цифр после запятой в диапазоне от 0,10 до 1,99 мг/дм³.

12. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Контроль градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику проверяют не реже 1 раза в квартал.

Образцами для контроля являются два раствора (в начале и конце диапазона измерений) с массовой концентрацией железа 0,1 и 1,0 мг/дм³ (растворы 2 и 6 в табл. 1), соответственно. Контрольные растворы готовят аналогично градуировочным в соответствии с п. 7.2.1 МВИ.

Выполняют операции по п. 9.1–9.2 для растворов 2 и 6 и получают среднее значение оптической плотности $D_{\text{ср}}$ для каждого из растворов.

Исходя из оптической плотности $D_{\text{ср}}$ находят по градуировочной характеристике (формула (4)) массовую концентрацию железа в каждом из контрольных растворов.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{|C_{\text{н}} - C_{\text{пр}}|}{C_{\text{пр}}} \times 100 \leq K_{\text{ГХ}}, \quad (7)$$

где $C_{\text{н}}$ — массовая концентрация железа в контрольном растворе — найденное значение, мг/дм³;

$C_{\text{пр}}$ — массовая концентрация железа в контрольном растворе — приписанное значение (последняя строка в табл. 1), мг/дм³;

$K_{\text{ГХ}} = 20\%$ — норматив контроля.

При невыполнении условия (7) градуировочную характеристику устанавливают заново.

12.2. Контроль правильности измерений методом добавок

Контроль проводят с целью оценки возможности применения методики для анализа ранее неисследованных типов вод, а также при возникновении сомнения в результатах анализа ввиду наличия в пробе мешающих компонентов.

Пробу воды, поступившую на анализ, с содержанием железа не менее 0,1 мг/дм³ делят на две части. Одну часть анализируют в соответствии с методикой и получают результат анализа $C_{\text{пр}}$. Во вторую часть вводят добавку — определенный объем градуировочного

раствора с массовой концентрацией железа 10 мг/см³. В мерную колбу вместимостью 50 см³ с помощью пипетки вносят определенный объем (V_d) градуировочного раствора (п. 7.1.5.2) и доводят объем пробой воды до метки. Пробу с добавкой анализируют в соответствии с методикой и получают результат $C_{\text{пр+д}}$. Анализ исходной пробы и пробы с добавкой проводит один и тот же оператор в сходных условиях.

Объем добавки (V_d) должен быть таким, чтобы массовая концентрация железа в исходной пробе примерно удвоилась.

Результат проверки считают положительным, если

$$|C_{\text{пр+д}} - C_{\text{пр}} - C_d| \leq K, \quad (8)$$

где $C_{\text{пр+д}}$ — результат анализа пробы с добавкой, мг/дм³;
 $C_{\text{пр}}$ — результат анализа исходной пробы, мг/дм³;

$C_d = \frac{V_d \times 10}{50}$ — изменение массовой концентрации железа в пробе воды, вызванное внесением добавки, мг/дм³;

В последней формуле:

V_d — объем добавки, см³;

50 — объем мерной колбы, см³;

K — норматив, значение которого вычисляют по формуле

$$K = 0,10 \sqrt{(C_{\text{пр}})^2 + (C_{\text{пр+д}})^2} \quad (9)$$

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
Факс: 7 (812) 113-01-14, телефон: 7 (812) 251-76-01, e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru



СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации

методики выполнения измерений

№ 242/32-2009

Методика выполнения измерений массовой концентрации железа в пробах питьевой и природных вод, разработанная ЗАО "Крисмас+" (191180, С.-Петербург, наб. Фонтанки, 102) и регламентированная в документе МВИ-01-190-09 "Методика выполнения измерений массовой концентрации железа общего в пробах питьевой и природных вод фотоколориметрическим методом на основе тест-комплекта "Железо", Санкт-Петербург, 2009 г. (8 стр.), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

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

Дата выдачи свидетельства: 1 июня 2009 г.

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



Л. А. Конопелько

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Диапазон измерений массовой концентрации общего железа в пробах питьевой и природных вод от 0,05 до 2,0 мг/дм³.

Относительная расширенная неопределенность измерений по данной методике (при коэффициенте охвата $k = 2$) составляет:

36 % в диапазоне от 0,05 до 0,10 мг/дм³;

20 % в диапазоне св. 0,10 до 1,0 мг/дм³;

12 % в диапазоне св. 1,0 мг/дм³.

Примечание – Указанные неопределенности соответствуют границам относительной погрешности $\pm 36\%$, $\pm 20\%$ и $\pm 12\%$, соответственно, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении.

НОРМАТИВЫ

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая характеристика	Норматив
Проверка приемлемости значений оптической плотности растворов при установлении градуировочной характеристики	7.2.3	Размах значений оптической плотности в трех сериях растворов	$Q_D = 0,020$ ($P = 0,95$)
Проверка приемлемости градуировочной характеристики	7.2.5	Остаточное стандартное отклонение	$S = 0,005$
Проверка приемлемости результатов параллельных определений	10.2	Размах результатов двух параллельных определений	$r = 0,015$ мг/дм ³ в диап. от 0,05 до 1,0 мг/дм ³ и $r = 0,05$ мг/дм ³ в диап. св. 1,0 мг/дм ³ ($P = 0,95$)
Контроль градуировочной характеристики	12.1	Модуль относительного отклонения результата измерений массовой концентрации железа в контрольном растворе от приписанного значения	$K_{IX} = 20\%$
Контроль правильности измерений методом добавок	12.2	Вычисляют по формуле (8) МВИ	Вычисляют по формуле (9) МВИ

Ведущий специалист

Тел. (812) 323-9640



Р. Л. Кадис

**Бюджет неопределенности измерений
массовой концентрации железа общего в пробах питьевой и природных вод
фотокolorиметрическим методом на основе тест-комплекта "Железо"**

Источник неопределенности	Относительная стандартная неопределенность %
1. Градуировка - аттестованное значение ГСО¹ - приготовление рабочего стандартного раствора железа - приготовление серии растворов при градуировке - линейная аппроксимация ГХ² - от 0,05 до 0,10 мг/дм³; - св. 0,10 до 1,0 мг/дм³; - св. 1,0 мг/дм³	0,5 0,6 0,4 10,8 5,2 0,4
2. Промежуточная прецизионность результатов измерений (варьируемый фактор – время) ³ : - от 0,05 до 0,10 мг/дм³; - св. 0,10 до 1,0 мг/дм³; - св. 1,0 мг/дм³	14,1 8,5 5,3
3. Температура окружающего воздуха ⁴	0,2
Относительная суммарная стандартная неопределенность u - от 0,05 до 0,10 мг/дм³; - св. 0,10 до 1,0 мг/дм³; - св. 1,0 мг/дм³	18,0 10,4 6,1
Относительная расширенная неопределенность U ($k = 2$), %	<u>Принято</u>
от 0,05 до 0,10 мг/дм ³ ;	36
св. 0,10 до 1,0 мг/дм ³ ;	20
св. 1,0 мг/дм ³	12

Примечания:

- Оценка неопределенности получена исходя из границ погрешности ($\pm 1,0$ %) аттестованного значения ГСО 1,0 мг/дм³.
- Неопределенность вычислена исходя из параметров линейной модели $y = a + bx$ для начальной точки каждого из трех диапазонов измерений.
- Вычислено по данным, полученным при сопоставлении результатов анализа одних и тех же проб в лабораториях Химико-аналитического центра "Арбитраж" (референтная методика, метод ААС) и Производственно-лабораторного комплекса ЗАО "Крисмас+" (аттестуемая методика). Эксперимент выполнен в марте-апреле 2009 г., общее число проб – 19.

- 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.

Бюджет неопределенности дополнен пунктом 3 и примечанием 4 в связи с изменением № 1 в МВИ-01-190-09 (извещение от 19.01.2011), которое не привело к изменению суммарной неопределенности измерений.

Ведущий специалист

20.01.2011



Р.Л. Кадис

