ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ «ФЦАО»

Д.В.Федоткин

" 22 " апреля 2019 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МУТНОСТИ ПРОБ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ, ПРИРОДНЫХ ПОДЗЕМНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПО КАОЛИНУ И ПО ФОРМАЗИНУ

ПНДФ 14.1:2:3:4.213-05

Методика допущена
для целей экологического контроля

МОСКВА
(Издание 2019 г)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации № RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен ПНДФ 14.1:2:4.213-05 (Издание 2005 г.).

Сведения об аттестованной методике измерений переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:
© ФГБУ «ФЦАО»
Адрес: 117105, г.Москва, Варшавское шоссе, 39А
тел./факс: (495) 229-50-38, 943-2-944
e-mail: gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб питьевых, вод бассейнов, природных поверхностных (при анализе поверхностных вод суши только в случае аварийных (чрезвычайных) ситуаций)[1], природных подземных и сточных вод (в том числе производственных, промышленных, очищенных, талых, ливневых, хозяйственно-бытовых) для определения мутности турбидиметрическим методом в диапазонах:

от 0,1 до 5,0 мг/дм^3 по каолину;

от 1,0 до 100 ЕМФ (или ЕМ/дм^3) в единицах мутности по формазину, соответствующих полученным расчётным путем от 0,58 до 58,0 мг/дм^3 по каолину.

Методика предназначена для применения в лабораториях, осуществляющих анализ, контроль, мониторинг в пробах питьевых, природных поверхностных, природных подземных и сточных вод.

Мутность является важным интегральным показателем[2], применяемым в процессе водоподготовки и обусловлена наличием взвешенных в воде мелкодисперсных примесей, нерастворимых неорганических и органических соединений, минеральных веществ (взвеси гидроксида железа, марганца, алюминия, песка, глины, илистых частиц, планктона, кремниевой кислоты и т.д.). Мутность поверхностных вод может значительно увеличиваться во время дождей.

---

[1] в случае предоставления данных в государственный фонд данных о состоянии окружающей природной среды (Росгидромет) методика может использоваться только при анализе поверхностных вод суши в случае аварийных (чрезвычайных ситуаций)

[2] По нормам СанПиН 2.1.4.1074-01 мутность питьевой воды не должны быть выше 2,6 ЕМФ; по нормам ГОСТ 2761-84 мутность воды источников хозяйственно-питьевого водоснабжения первого класса для поверхностных источников не должна превышать 20 мг/дм^3, для подземных -1,5 мг/дм^3.

Если при определении мутности по формазину её величина превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то допускается разбавление пробы; результат измерений мутности при этом рассчитывается с учётом коэффициента разбавления.

Определению мутности мешает окраска пробы (кроме жёлтых оттенков). При невозможности устранения мешающих влияний по данной методике необходимо проводить определение в соответствии с другими аттестованными методиками измерений.

Отмечаем, что значение мутности не может быть пересчитано на массовую концентрацию взвешенных веществ. Взвешенные вещества необходимо определять по аттестованной на их определение (измерение) методике измерений.

ПНД Ф 14.1:2:3:4.213-05 издания 2019 года утверждён 22 апреля 2019 года, введен в действие с 01 октября 2019 года и действует до выхода нового издания. Метод измерений остался неизменным. Настоящая методика измерений распространяется на бумажном носителе с указанием номера оригинала 07205, шестизначным кодом 190701 и синей печатью ФГБУ «ФЦАО»[3].

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Турбидиметрический метод определения мутности основан на сравнении испытуемых проб воды со стандартными суспензиями каолина или формазина с использованием спектрофотометра (фотоэлектроколориметра) при длине волны 520 нм в кювете с толщиной оптического слоя 50 мм.

---

[3] Официальное представление актуальной версии методики в электронно-цифровой форме возможно только на официальном сайте ФГБУ «ФЦАО» gost.e-ecolog.ru ацию, представленную на других сайтах и информационно-справочных системах, разработчик ответственности не несёт.

2 ТРЕБОВАНИЯ К ПОКАЗАТЕЛЯМ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей норм точности измерений показателей состава и свойств вод, установленных ГОСТ 27384.

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при вероятности P=0,95

Диапазон измерений мутности	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
По каолину, мг/дм^3			
От 0,1 до 5,0 включ.	20	7	10
По формазину, ЕМФ			
От 1,0 до 13 включ.	20	7	10
Св. 13 до 100 включ.	14	5	7
По каолину, мг/дм^3 (расчетный)			
От 0,58 до 7,5 включ.	20	7	10
Св. 7,5 до 58 включ.	14	5	7

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

–:оценке качества проведения измерений в лаборатории;

– внедрении методики в деятельность конкретной лаборатории.

3 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОМУ ОБОРУДОВАНИЮ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.1 Средства измерений, стандартные образцы

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ=520 нм.

Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1; 2; 5; 10; 25 $см^3$ любого типа исполнения по ГОСТ 29227 или пипетки с одной отметкой вместимостью 0,5; 2; 10; 20; 25; 50 $см^3$ по ГОСТ 29169 или дозаторы пипеточные переменного объёма с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311, например, производства компании «Biohit».

Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Стандартный образец мутности, представляющий собой фор-

мазиновую[4] суспензию с аттестованным значением мутности по формазиновой шкале СО от 3800 до 4200 ЕМФ (ГСО 7271-96) или или стандартный образец минерального состава воды природной с интервалом аттестованных значений мутности от 1 до 20 ЕМФ (ГСО 10815-2016).

Таймер или секундомер любой модели.

Мерный градуированный (полимерный или стеклянный) стакан вместимостью 1 или 2 $дм^3$ (для получения отфильтрованной дистиллированной воды).

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.2 Вспомогательное оборудование

Кюветы для спектрофотометра (фотоколориметра) с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Сушильный шкаф электрический, позволяющий поддерживать температуру в диапазоне (105±5) °С.

Центрифуга со скоростью центрифугирования до 3000 об/мин.

Прибор для фильтрования через мембранные фильтры с водоструйным насосом.

Бутыли из полиэтилена (ПЭНД) и стекла для отбора и хранения проб и растворов с плотно закрывающейся крышкой вме-

[4] Формазин – вещество, хорошо смешиваемое с водой и образующее суспензию, не выпадая в осадок.

стимостью не менее 300 $см^3$, а также 500 $см^3$ (для хранения стандартной суспензии формазина (приложение А)).

Бюкс (для каолинового стандарта) по ГОСТ 25336.

Шёлковое сито (диаметр отверстий 100 мкм), например, сито СЛШ-200 №58/67 ПА (100 мкм) (при использовании каолина).

3.3 Реактивы, материалы

Каолин обогащенный для косметической промышленности по ГОСТ 21285 или для кабельной промышленности по ГОСТ 21288.

Пирофосфат калия $K_4P_2O_7 \cdot 3H_2O$ или натрия $Na_2P_2O_7 \cdot 2H_2O$ (Е450), квалификация имп. "ч".

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841.

Гексаметилентетрамин (уротропин) по ТУ 6-09-09-353 или ГОСТ 1381.

Формалин технический по ГОСТ 1625.

Хлороформ по ГОСТ 20015 (ТУ 2631-026-78119972).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа 2-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» для фильтрования вод с цветностью выше 10^0 по ТУ 2642-001-13927158.

Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (например, МФАС-ОС-2 (0,45 мкм)).

Примечания

1 Все реактивы, используемые для измерений, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч..

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных с квалификацией не ниже, указанной в примечании 1.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

4.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и сопроводительной документации на реактивы (паспорт безопасности химического вещества).

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019.

4.3 Организация обучения персонала 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.

4.5 Утилизация отработанных реактивов, растворов, материалов, проб должна осуществляться в соответствии с действующим в лаборатории (на предприятии) локальным нормативным документом.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений по данной методике в рабочей комнате должны быть соблюдены следующие условия:

Температура окружающего воздуха (20±5) °С.

Относительная влажность воздуха не более 80 %.

Атмосферное давление 84,0–106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.).

Напряжение в сети (220 ± 22) В.

При напряжении питания сети, отличном от 220 В, оборудование может комплектоваться дополнительно трансформатором, что позволит всегда обеспечивать необходимые условия выполнения измерений.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

7.1 Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ 31861 и ГОСТ Р 56237. При отборе сточных вод руководствуются ПНД Ф 12.15.1, при отборе природных вод – ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ 17.1.5.04 или другими действующими нормативными документами, утвержденными и применяемыми в установленном в лаборатории порядке.

7.2 Пробы воды отбирают в бутыли из полимерного материала или стекла, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объём отбираемой пробы должен быть не менее 300 $см^3$. Допускается использование необходимого для исследования объёма пробы из флакона, отобранного на общий анализ. Пробы анализируют не позднее, чем через 24 часа с момента отбора ввиду возможного образования коллоидов в связи с процессами окисления соединений кислородом воздуха. Хранение проб воды осуществляется при температуре (2-5)°С. Если пробы находились на хранении при пониженной температуре, перед проведением измерений необходимо довести температуру пробы до уровня температуры внутри помещения.

Образцы анаэробных подземных вод (т.е. вод, не содержащих воздуха) должны храниться без доступа воздуха. Максимально

возможное количество замеров необходимо делать сразу после извлечения образца.

Пробы подземных вод отбирают непосредственно из скважин, колодцев, каптажных сооружений.

Способы отбора проб подземных вод зависят от глубины и конструкции сооружений. Возможно применение как ручного, так и механического методов.

7.3 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной в лаборатории форме.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе и оптимизацию условий измерений производят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

8.2 Подготовка мембранного фильтра

Мембранные фильтры готовят к работе в соответствии с инструкцией изготовителя фильтра по применению.

8.3 Приготовление растворов

Примечание – Допускается приготовление иных объёмов растворов в зависимости от объёмов работы в лаборатории.

8.3.1 Приготовление стандартных суспензий каолина

8.3.1.1 Приготовление основной стандартной суспензии каолина концентрацией ≈1 г/дм^3

Каолин просеивают через шелковое сито с диаметром отверстий 0,1 мм.

(25-30) г каолина хорошо взбалтывают с (3-4) дм^3 дистиллированной воды и оставляют на 24 часа. После этого, не взмучивая осадка, отбирают среднюю неосветлившуюся часть жидкости. К оставшейся части вновь приливают 3 дм^3 дистиллированной воды, сильно взбалтывают, оставляют на 24 часа и вновь отбирают среднюю неосветлившуюся часть. Операцию повторяют трижды, каждый раз присоединяя неосветлившуюся в течение суток суспензию к ранее собранной. Накопленную суспензию хорошо взбалтывают и через 3 суток жидкость над осадком сливают, так как она содержит слишком мелкие частицы каолина.

К полученному осадку добавляют 100 см^3 дистиллированной воды, взбалтывают и получают основную стандартную суспензию. Концентрацию полученной суспензии определяют гравиметрически из двух или более параллельных проб. Для этого 5 см^3 суспензии помещают в доведенный до постоянной массы бюкс, высушивают при t=(105±5)°С до постоянной массы, взвешивают и рассчитывают содержание каолина в суспензии (около 1 г/дм^3 каолина).

Основную стандартную суспензию каолина стабилизируют пирофосфатом калия или пирофосфатом натрия (200 мг на 1 дм^3) и консервируют формалином (10 см^3 на 1 дм^3) или хлороформом (1 см^3 на 1 дм^3).

Раствор суспензии каолина стабилен в течение 6 месяцев.

8.3.1.2 Приготовление промежуточной стандартной суспензии каолина концентрацией 50 мг/дм^3

Промежуточную суспензию каолина готовят разведением основной стандартной суспензии дистиллированной водой (п.8.3.1.4), исходя из точного содержания взвеси каолина в основной стандартной суспензии. Перед приготовлением основную стандартную

суспензию тщательно перемешивают.

Промежуточную суспензию каолина используют в день приготовления.

8.3.1.3 Приготовление рабочих стандартных суспензий каолина

0,2–0,4–1–2–3–4–6–10 $см^3$ тщательно перемешанной промежуточной суспензии вносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой (п.8.3.1.4). Полученные растворы имеют концентрации 0,1–0,2–0,5–1,0–1,5–2,0–3,0–5,0 $мг/дм^3$.

Рабочие растворы суспензии каолина готовят в день проведения анализа и не хранят более суток.

8.3.1.4 Приготовление дистиллированной воды, используемой для приготовления промежуточных и рабочих стандартных суспензий (градуировочных растворов), для разбавления рабочих проб

(2-2,5) литра дистиллированной[5] воды пропускают через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм дважды, около 250 $см^3$ первой порции отфильтрованной воды отбрасывают. Срок хранения – 7 суток.

8.3.2 Приготовление стандартных суспензий формазина

8.3.2.1 Приготовление основной стандартной суспензии формазина концентрацией 400 ЕМФ (0,4 ЕМ/$см^3$)

[5] Возможно использование других вод для лабораторного анализа, например, воды, полученной обратным осмосом.

Основную стандартную суспензию готовят из ГСО 7271 в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

Приготовление основной стандартной суспензии формазина также можно приготовить, как изложено в приложении А.

8.3.2.2 Приготовление промежуточной стандартной суспензии формазина концентрацией 40 ЕМФ (0,04 ЕМ/см^3)

50 см^3 тщательно перемешанной основной стандартной суспензии формазина вносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой (п.8.3.1.4).

Срок хранения суспензии составляет 2 недели.

8.3.2.3 Приготовление рабочих стандартных суспензий формазина

2,5–5,0–10,0–20,0–40,0–50,0–75,0–100 см^3 предварительно перемешанной промежуточной суспензии формазина вносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой (п. 8.3.1.4). Полученные рабочие стандартные суспензии имеют концентрации: 1–2–4–8–16–20–30–40 ЕМФ.

Рабочие растворы стабильны в течение суток при комнатной температуре.

8.4 Построение градуировочных характеристик

Для построения градуировочных характеристик для определения мутности по каолину или формазину необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией мутности (0,1–5,0) мг/дм^3 (п.8.3.1.3) или (1,0–40,0) ЕМФ (п.8.3.2.3).

Условия построения градуировочных характеристик должны соответствовать п.п. 6 и 9.

Измерения мутности в образцах для градуировки проводят в порядке возрастания её концентрации, используя дистиллированную воду (п. 8.3.1.4) в качестве фона. Каждый образец необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочных характеристик по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – величину мутности в мг/дм^3 (ЕМФ).

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в п.8.3.1.3 или п.8.3.2.3).

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

$$| X - C | \le 0{,}01 \cdot 1{,}96 \cdot \sigma_{R_л} \cdot C, \qquad (1)$$

где X – результат контрольного измерения мутности в образце для градуировки, мг/дм^3 (ЕМФ);

C – аттестованное значение мутности в образце для градуировки, мг/дм^3 (ЕМФ);

$\sigma_{R_л}$ – 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: $\sigma_{R_л} = 0{,}84\ \sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Значения σ_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 новую градуировочную характеристику.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В кювету с толщиной оптического слоя 50 мм вносят тщательно перемешанную испытуемую пробу и снимают показания прибора при λ=520 нм. Если цветность исследуемой пробы ниже 10°, то в качестве фона используют дистиллированную воду (п. 8.3.1.4). Если цветность исследуемой пробы выше 10°, то фоном служит исследуемая проба, из которой удалены взвешенные вещества центрифугированием (5 минут при 3000 об/мин) или фильтрованием через обработанные соответствующим образом мембранные фильтры (п. 8.2) с диаметром пор 0,45 мкм (в этом случае возможно предварительное фильтрование через фильтр «синяя лента»).

Мутность исследуемой пробы находят по соответствующей градуировочной характеристике (по каолину или по формазину).

Примечание – Если значение мутности (по формазину) анали-

зируемой пробы воды больше, чем значение мутности, соответствующее верхней границе диапазона градуировочной характеристики (по формазину), то производят разбавление пробы таким образом, чтобы величина мутности разбавленной пробы находилась в пределах диапазона градуировочной характеристики, а результат измерений мутности в этом случае будет рассчитан с учётом коэффициента разбавления.

При анализе пробы воды выполняют не менее двух параллельных определений.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Величину мутности X (мг/дм^3, ЕМФ) находят по соответствующей градуировочной характеристике. Если проба была разбавлена, то учитывается коэффициент разбавления.

Возможно осуществлять пересчет концентрации мутности, мг/дм^3 (по каолину), в ЕМФ/дм^3 (по формазину) и обратный пересчет. Пересчет концентрации может производиться как в соответствии с приложением к паспорту на ГСО формазиновой суспензии, так и с использованием пересчета.

Если необходимо выразить результаты измерений в мг/дм^3, то переход от ЕМФ к мг/дм^3 осуществляют исходя из того, что 1 ЕМФ численно соответствует 0,58 мг/дм^3 (по каолину).

10.1 За результат измерений $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2:

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (2)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq r \cdot (X_1 + X_2)/200 , \qquad (3)$$

где r – предел повторяемости,%, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазоны измерений, значения предела повторяемости при P=0,95

Диапазон измерений мутности	Предел повторяемости (*относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений*), r, %
По каолину, мг/дм^3	
От 0,1 до 5,0 включ.	20
По формазину, ЕМФ	
От 1,0 до 13 включ.	20
Св. 13 до 100 включ.	14
По каолину, мг/дм^3 (расчетный)	
От 0,58 до 7,5 включ.	20
Св. 7,5 до 58 включ.	14

При невыполнении условия (3) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

10.2 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R). При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Диапазоны измерений, значения предела воспроизводимости при Р=0,95

Диапазон измерений мутности	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
По каолину, мг/дм^3	
От 0,1 до 5,0 включ.	28
По формазину, ЕМФ	
От 1,0 до 13 включ.	28
Св. 13 до 100 включ.	20
По каолину, мг/дм^3 (расчетный)	
От 0,58 до 7,5 включ.	28
Св. 7,5 до 58 включ.	20

При превышении предела воспроизводимости (R) могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta) \text{ мг/дм}^3 \text{ (ЕМФ)}, P=0,95,$$

где Δ – показатель точности методики, мг/дм^3 (ЕМФ).

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{ср}, \quad (4)$$

где δ – показатель точности методики,%, значения которого приведено в таблице 1.

Примечание – Числовые значения результата измерений оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение показателя точности методики измерений (абсолютной погрешности измерений, с числом значащих цифр не более двух).

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$(X_{ср} \pm \Delta_л)$ мг/дм^3 (ЕМФ), Р=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание – При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;

– способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ 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).

12.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C | \qquad (5)$$

где $C_{ср}$ – результат измерений мутности в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (3);

С – аттестованное значение мутности в образце для контроля.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_л, \qquad (6)$$

где $\pm \Delta_л$ – характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание – Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории уста-

навливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) 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.

13 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-2015 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 27384-2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

ГОСТ 28311-89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р 56237-2014. Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах.

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ПНД Ф 12.15.1-08 Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод (Издание 2015 г)

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 32220-2013 Вода питьевая, расфасованная в ёмкости. Общие технические условия

ГОСТ 21285-75 Каолин обогащенный для косметической промышленности. Технические условия

ГОСТ 21288-75 Каолин обогащенный для кабельной промышленности. Технические условия

ГОСТ 5841-74 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 1625-2016 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

СанПиН 2.1.4.1074-01 "Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. Гигиенические требования к обеспечению безопасности систем горячего водоснабжения" (с изменениями на 2 апреля 2018 года)

ТУ 6-09-09-353-74 Уротропин (гексаметилентетрамин) $(CH_2)_6N_4$. Технические условия.

ТУ 2631-026-78119972-2010 Хлороформ ч., х.ч., ч.д.а..

ТУ 2642-001-13927158-2003 Фильтры обеззоленные "Синяя лента", "Белая лента", "Красная лента".

Примечание – При использовании методики необходимо проверить действие ссылочных стандартов. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Приготовление основной стандартной суспензии формазина концентрацией 400 ЕМФ (400 ЕМ/дм^3 или 0,4 ЕМ/см^3)

Раствор А: (0,25±0,005) г сульфата гидразина $(NH_2)_2 \cdot H_2SO_4$ растворяют в (25-40) см^3 дистиллированной воды (п.8.3.1.4).

Осторожно! Сульфат гидразина (гидразиния) ядовит и канцерогенен. Рекомендуем использовать в работе готовые суспензии формазина различных производителей для предотвращения риска для здоровья.

Раствор Б: (2,5 ±0,005) г гексаметилентетрамина $(CH_2)_6N_4$ растворяют в (25-40) см^3 дистиллированной воды (п.8.3.1.4).

Оба приготовленных раствора количественно переносят в мерную колбу на 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой. Выдерживают не менее 24 часов при 25°С.

Срок хранения приготовленного раствора не более 2 месяцев в герметичном флаконе в тёмном месте при 25°С.

Перед применением раствор следует тщательно перемешать в течение нескольких минут.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 88-16207-006-RA.RU.310657-2019

Методика измерений мутности проб питьевых, природных поверхностных, природных подземных и сточных вод турбидиметрическим методом по каолину и по формазину,

разработанная ФГБУ «ФЦАО» (117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А),

предназначенная для применения в лабораториях, осуществляющих анализ, контроль, мониторинг в пробах питьевых, природных поверхностных, природных подземных и сточных вод

и регламентированная в ПНД Ф 14.1:2:3:4.213-05 (издание 2019 года) «Методика измерений мутности проб питьевых, природных поверхностных, природных подземных и сточных вод турбидиметрическим методом по каолину и по формазину», утвержденная в 2019 г., на 25 л.

Методика измерений аттестована в соответствии с приказом Минпромторга России от 15.12.2015 г. № 4091 и ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований и метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства 22 апреля 2019 г.

Начальник АХУ УрО РАН Р. В. Зиновьев

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А.Игнатенкова

Россия, 620990
Тел./факс: (34

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-006-RA.RU.310657-2019
об аттестации методики (метода) измерений
мутности проб питьевых, природных поверхностных, природных подземных и сточных вод
турбидиметрическим методом по каолину и по формазину
на 1 листе
(обязательное)

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений мутности, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений мутности	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
По каолину, мг/дм^3			
От 0,10 до 5,0 включ.	20	7	10
По формазину, ЕМФ			
От 1,00 до 13,0 включ.	20	7	10
Св. 13,0 до 100 включ.	14	5	7
По каолину, мг/дм^3 (расчетный)			
От 0,58 до 7,5 включ.	20	7	10
Св. 7,5 до 58 включ.	14	5	7

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л. А. Игнатенкова

СертиМет

gost.e-ecolog.ru