ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора
ФГБУ «Федеральный центр анализа
и оценки техногенного воздействия»

А.Г.Кудрявцев

15 декабря 2017 г

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВЗВЕШЕННЫХ И ПРОКАЛЕННЫХ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.254-09

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(издание 2017 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 ПНД Ф предыдущего издания и действует со 2 июля 2018 года до выхода нового издания.

Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах gost.e-ecolog.ru в разделе «Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений» и gost.e-ecolog.ru зделе «Методики анализа».

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:

© ЗАО «РОСА», 2009

Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7, стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22, телефон/факс: (495) 439-52-13
http:// gost.e-ecolog.ru
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.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовых концентраций взвешенных и прокаленных взвешенных веществ гравиметрическим методом.

Взвешенные вещества – это вещества, выделенные из воды путем фильтрования или центрифугирования (ГОСТ 30813).

В настоящей методике взвешенные вещества выделяют фильтрованием после предварительной гомогенизации пробы. Для фильтрования условно чистых проб (питьевых и природных вод) рекомендуется использовать мембранный фильтр, а для фильтрования сточных вод – бумажный фильтр.

Взвешенные вещества могут содержать минеральные вещества (типично для природных и промышленных сточных вод), органические вещества (типично для сточных вод пищевой промышленности) и смесь минеральных и органических веществ (типично для бытовых сточных водах).

Если для решения технологических задач требуется знать содержание органической и/или минеральной части взвешенных веществ, определяют «взвешенные вещества прокаленные». Для этого фильтр прокаливают при температуре выше 500 °С. В результате прокаливания органические вещества сгорают, а минеральные остаются. Разность между взвешенными веществами и взвешенными веществами прокаленными позволяет ориентировочно оценить содержание органических взвешенных веществ.

При прокаливании помимо органических веществ частично сгорают неорганические компоненты, удаляется кристаллизационная и гигроскопическая вода, выделяется диоксид углерода из карбонатов кальция и магния, хлороводород, образующийся при гидролизе хлорида магния, и оксиды азота, образующиеся при восстановлении нитратов.

Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые (в том числе расфасованные в емкости), воды природные (поверхностные, в том числе морские и подземные, в том числе источники водоснабжения), воды сточные (производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные).

Примечание – Допускается применение методики для анализа вод бассейнов и аквапарков, талых вод, технических вод (открытых и закрытых систем технологического водоснабжения, восстановленная), льда и атмосферных осадков (дождь, снег, град).

Диапазон измерений массовых концентраций взвешенных и прокаленных взвешенных веществ в питьевых и природных водах составляет от 0,5 до 5000 мг/дм^3, для сточных вод – от 0,5 до 50000 мг/дм^3.

Продолжительность анализа одной пробы на определение взвешенных веществ 14 часов, серии из 10 проб – 15 часов.

Продолжительность анализа одной пробы на определение прокаленных взвешенных веществ 17 часов, серии из 10 проб – 18 часов.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении А.

Определению мешают значительные количества масел и жиров, поэтому при отборе пробы должно быть исключено попадание в нее поверхностной пленки или кусочков жира. Если все-таки в пробе, доставленной в лабораторию, на поверхности присутствуют видимые жир или масло, то перед проведением анализа их удаляют. Жир с поверхности отобранной пробы снимают ложкой или шпателем, а масло кусочком фильтровальной бумаги.

Удаляют так же загрязнения в виде единичных включений, например, мелкие палочки, траву и т.п.

Содержание прокаленных взвешенных веществ дает ориентировочное представление о минеральном составе взвеси в воде, а потери при прокаливании, т.е. разность между массой взвешенных и прокаленных взвешенных веществ – о количестве органических соединений во взвеси.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

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

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

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4147-74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 30813-2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения.

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

ГОСТ Р 12.1.019-2009. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

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

ГОСТ Р ИСО 7870-2-2015 Статистические методы. Контрольные карты. Часть 2. Контрольные карты Шухарта.

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

ГОСТ Р 52501-2005 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.

ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).

Примечание – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1 – Значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, %
Взвешенные вещества			
от 0,5 до 1,0 включ.	8	11	22
св. 1 до 10 включ.	7	9	18
св. 10 до 100 включ.	4	6	12
св. 100 до 5000 включ.	3	4,5	9
св. 5000 до 50000 включ.	2	2,5	5

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), ± δ, %
Прокаленные взвешенные вещества			
от 0,5 до 1,0 включ.	10	12	24
св. 1 до 10 включ.	8	10	20
св. 10 до 100 включ.	6	7,5	15
св. 100 до 5000 включ.	4	5	10
св. 5000 до 50000 включ.	2	2,5	5

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Методика определения взвешенных веществ основана на выделении их из пробы путем фильтрования воды через предварительно взвешенный бумажный или мембранный фильтр и измерении массы осадка на фильтре, высушенного до постоянной массы при (105 ± 2) °С.

Методика определения прокаленных взвешенных веществ основана на выделении их из пробы путем фильтрования воды через предварительно взвешенный бумажный или мембранный фильтр, высушивании до постоянной массы при температуре (105 ± 2) °С и далее измерении массы осадка на фильтре, прокаленного до постоянной массы в муфельной печи при температуре (600 ± 20) °С.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

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

5.1.2 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

5.1.3 Печь муфельная с рабочей камерой футерованной керамическим муфелем, обеспечивающая температуру (600 ± 20) °С.

5.1.4 Пинцет металлический с плоскими концами.

5.1.5 Установка для фильтрования под вакуумом любого типа.

5.1.6 Устройство для перемешивания жидкостей любого типа, например гомогенизатор фирмы IKA, модель ULTRA-TURRAX T25.

5.1.7 Холодильник бытовой, обеспечивающий хранение проб при температуре (2 – 10)°С.

5.1.8 Шкаф сушильный общелабораторного назначения, обеспечивающий температуру (105 ± 2) °С.

5.1.9 Щипцы тигельные.

5.1.10 Шпатель или ложка любая.

5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Воронки лабораторные, В-56-80 ХС, В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

5.2.2 Емкости из стекла или полимерного материала вместимостью 250; 500; 1000 и 2000 $см^3$.

5.2.3 Колбы конические вместимостью 250; 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.4 Стаканчики для взвешивания СН-45/13, СН-60/14 по ГОСТ 25336.

5.2.5 Стаканы из термически стойкого стекла вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336, исполнения 1.

5.2.6 Тигель низкий 4 по ГОСТ 9147.

5.2.7 Эксикатор по ГОСТ 25336.

5.2.8 Флаконы из полимерного материала вместимостью 100 и 1000 $см^3$ (для хранения растворов).

5.2.9 Цилиндры мерные вместимостью 100; 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2 класса точности.

5.3 Реактивы и материалы

5.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты), (далее вода дистиллированная).

5.3.2 Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

5.3.3 Железо (III) хлорид (хлорное железо), 6-водное, ч. по ГОСТ 4147, (насыщенный раствор, для маркировки тиглей и стаканчиков для взвешивания).

5.3.4 Силикагель технический по ТУ 6-09-31-107 или силикагель с индикатором влажности (например, производства фирмы Merck) для заполнения эксикаторов.

5.3.5 Фильтры обеззоленные бумажные «синяя лента» диаметром 15 см, с массой золы (0,0016 – 0,0020) г по ТУ 6-09-1678.

5.3.6 Фильтры мембранные любого типа с диаметром пор 0,45 мкм.

Примечание – Допускается использование оборудования, материалов и реактивов с характеристиками, не хуже, чем у вышеуказанных, в том числе импортных.

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

6.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, владеющие техникой гравиметрического анализа и изучившие правила эксплуатации используемого оборудования.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	(20 – 28) °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ Р 56237. Пробы поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков (дождь, снег, град) отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Лед, снег и град переводят в талую воду при комнатной температуре. Отбор проб воды осуществляют в стеклянные или пластиковые флаконы.

9.2 Объём отбираемый пробы составляет (1000 – 2000) $см^3$ для питьевой и природной воды и не менее 250 $см^3$ – для сточной или загрязненной пробы питьевой (природной) воды.

9.3 Срок хранения пробы до начала анализа составляет 24 часа без принудительного охлаждения. Если в указанный срок анализ не начат, то проба может дополнительно храниться при температуре (2 – 10) °С в течение 7 суток.

9.4 При отборе проб составляют сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

– цель анализа;
– место, дата и время отбора;
– шифр пробы;
– должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

10.1 Приготовление раствора соляной кислоты

В стакане из термостойкого стекла смешивают 30 $см^3$ соляной кислоты с 170 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят под тягой во флаконе из полимерного материала с плотно закрытой крышкой. Срок хранения – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.2 Приготовление раствора хлорного железа

В стакан из термостойкого стекла вместимостью 250 $см^3$ наливают 150 $см^3$ дистиллированной воды, затем постепенно небольшими порциями при перемешивании добавляют (50 ± 1) г хлорного железа (высыпать сразу всю навеску не рекомендуется из-за бурного характера реакции гидратации). Для лучшего растворения соли допускается предварительно нагреть дистиллированную воду до (50 – 70) °С. Раствор хранят в плотно закрытом флаконе из полимерного материала в темном месте при комнатной температуре. Срок хранения не ограничен.

10.3 Подготовка тиглей

10.3.1 Маркировка тиглей

Тонкой деревянной палочкой или спичкой на фарфоровые тигли наносят идентификационные метки (номера) насыщенным раствором хлорного железа. Затем тигли ставят в муфельную печь, предварительно нагретую до (600 ± 20) °С на (5 – 10) минут. Метки приобретают коричневую окраску и не смываются водой и растворами кислот.

10.3.2 Прокаливание и взвешивание тиглей

Промаркированные фарфоровые тигли промывают раствором соляной кислоты, приготовленной по 10.1, затем – дистиллированной водой, подсушивают на воздухе и прокаливают при (600 ± 20) °С в течение 1 часа, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,5 мг. Значение массы тигля записывают в рабочем журнале.

Примечание – Если одни и те же тигли используют ежедневно, при этом их массы изменяются в допустимых пределах (± 0,5 мг), разрешается проведение одного прокаливания в течение часа с последующим взвешиванием.

10.4 Подготовка мембранных фильтров

В маркированные стеклянные стаканчики для взвешивания помещают мембранные фильтры и сушат с открытой крышкой в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С не менее 1 часа. Допускается выдерживание фильтров в сушильном шкафу в течение (3 – 5) часов. Затем стаканчики для взвешивания с фильтрами охлаждают в эксикаторе, закрыв их крышками, и взвешивают. Значение массы стаканчика с фильтром записывают в рабочем журнале. Если фильтры не были использованы в течение рабочего дня, процедуру сушки повторяют на следующий день.

Примечание – При необходимости подготавливают к проведению анализа мембранные фильтры в соответствии с инструкцией производителя.

10.5 Подготовка бумажных фильтров «синяя лента»

Фильтры складывают конусом по форме воронки и промывают на воронке (100 – 150) $см^3$ дистиллированной воды. Фильтры подсушивают на воздухе досуха, вынимают из воронки, помещают в сложенном виде в маркированные стаканчики для взвешивания и сушат с открытой крышкой в сушильном шкафу при (105 ± 2) °С не менее 2,5 часов.

Примечание – Если промытый фильтр после высушивания на воздухе остается слегка влажным, то на его высушивание до постоянной массы в сушильном шкафу потребуется не менее 5 часов.

Затем закрывают стаканчики для взвешивания крышками, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. Повторяют процедуру сушки, с выдержками в сушильном шкафу по 30 минут, до тех пор, пока разница между двумя последними результатами взвешивания будет не более 0,5 мг. Значение массы стаканчика для взвешивания с фильтром записывают в рабочем журнале после каждого взвешивания. Последний результат взвешивания используют для расчетов.

Подготовленные к анализу фильтры хранят в закрытом эксикаторе не более 7 дней. В течение указанного срока хранения повторное взвешивание фильтра перед фильтрованием не требуется. По окончании срока хранения фильтры высушивают ещё раз при (105 ± 2) °С в течение 1 часа. Значение массы стаканчика для взвешивания с фильтром записывают в рабочем журнале.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Определение взвешенных веществ

Перед проведением анализа пробу тщательно перемешивают любым способом: вручную, встряхивая емкость с водой, или с помощью

гомогенизатора. В зависимости от предполагаемого содержания взвешенных веществ для анализа отбирают от 50 до 2000 $см^3$ пробы. Объём пробы выбирают таким, чтобы масса взвешенных веществ на фильтре (привес) составляла не менее 0,0010 г.

Питьевую и природную воду рекомендуется фильтровать через мембранный фильтр, а сточную воду – через бумажный фильтр «синяя лента».

Через подготовленный фильтр пропускают анализируемую воду.

При использовании мембранного фильтра частицы, приставшие к стенке воронки для фильтрования, смывают на фильтр дважды порциями фильтрата по 10 $см^3$.

При работе с бумажным фильтром по окончании фильтрования фильтр с осадком трижды промывают дистиллированной водой порциями по 10 $см^3$.

При анализе воды с большим солесодержанием (морская вода) по окончании фильтрования фильтр, вне зависимости от его вида, промывают не менее чем 50 $см^3$ дистиллированной воды.

Фильтр с осадком подсушивают на воздухе (2 – 3) часа и помещают в тот же стаканчик для взвешивания, где проводилось предварительное взвешивание. Мембранный фильтр высушивают в течение 1 часа, а бумажный в течение 4 часов в сушильном шкафу при (105 ± 2) °С. Фильтр с стаканчиком для взвешивания охлаждают в эксикаторе, закрыв крышкой, и взвешивают. Повторяют процедуру сушки до тех пор, пока разница между двумя последними результатами взвешиваниями будет не более 0,5 мг. Значения каждого взвешивания записывают в рабочий журнал.

11.2 Определение прокаленных взвешенных веществ

Высушенный фильтр (11.1) с взвешенными веществами помещают в подготовленный фарфоровый тигель (10.3), который затем устанавливают в муфельную печь и прокаливают при температуре (600 ± 20) °С в течение 1 часа. Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторные прокаливания проводят в течение 1 часа до тех пор, пока разница между результатами двух последних взвешиваний будет не более 0,5 мг. Значения каждого взвешивания записывают в рабочий журнал.

Примечание – В случае, если требуется определение только прокаленных взвешенных веществ, то доведение стаканчика для взвешивания с фильтром после высушивания при (105 ± 2) °С до постоянной массы не требуется. После высушивания фильтра в сушильном шкафу, его сразу помещают в подготовленный тигель и далее проводят анализ как описано в 11.2.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Содержание взвешенных веществ в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1)}{V} \cdot 1000, \qquad (1)$$

где

X_1 – содержание взвешенных веществ, мг/дм^3;

m_2 – масса стаканчика для взвешивания с мембранным или бумажным фильтром со взвешенными веществами, г;

m_1 – масса стаканчика для взвешивания с подготовленным мембранным или бумажным фильтром, г;

V – объём пробы воды, взятый для анализа, дм^3.

12.2 Содержание прокаленных взвешенных веществ в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{(m_4 - m_3 - m)}{V} \cdot 1000, \qquad (2)$$

где

X_2 – содержание прокаленных взвешенных веществ, мг/дм^3;

m_4 – масса тигля с остатком после прокаливания, г;

m_3 – масса прокаленного тигля, г;

m – масса золы бумажного фильтра (указана на упаковке фильтра), г;

Примечание – В случае использования мембранного фильтра масса золы не учитывается.

V – объём пробы воды, взятый для анализа, дм^3.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений, как правило, в протоколах исследований представляют в виде:

$$X \pm \Delta;\ \text{мг/дм}^3 \qquad (P=0,95),$$

где Δ – характеристика абсолютной погрешности результатов измерений, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X, \qquad (3)$$

где δ – значение показателя точности, % (таблица 1).

Результат измерений округляют с точностью:

при содержании взвешенных и/или прокаленных взвешенных веществ

от 0,5 до 1,0 мг/дм^3 включ.	– до 0,01мг/дм^3;
св. 1,0 до 10,0 мг/дм^3 включ.	– до 0,1 мг/дм^3;
св. 10 до 100 мг/дм^3 включ.	– до 1 мг/дм^3;
св. 100 до 50000 мг/дм^3 включ.	– до 10 мг/дм^3.

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X_1, X_2) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r \qquad (4)$$

Значения пределов повторяемости (r) приведены в таблице 2.

При выполнении условия (4) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют среднее арифметическое значение результатов двух измерений. При превышении предела повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1}$, $X_{лаб2}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R \qquad (5)$$

Значения пределов воспроизводимости (R) приведены в таблице 2.

При выполнении условия (5) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют среднее арифметическое значение результатов двух измерений. При превышении предела воспроизводимости используют методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль точности результатов измерений при реализации методики в лаборатории проводят с использованием рабочих проб.

При регулярном выполнении анализов по методике проводят контроль стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности с использованием контрольных карт с периодичностью, установленной в лаборатории. Расчет контрольных границ проводят в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 7870-2 и ГОСТ Р ИСО 5725.

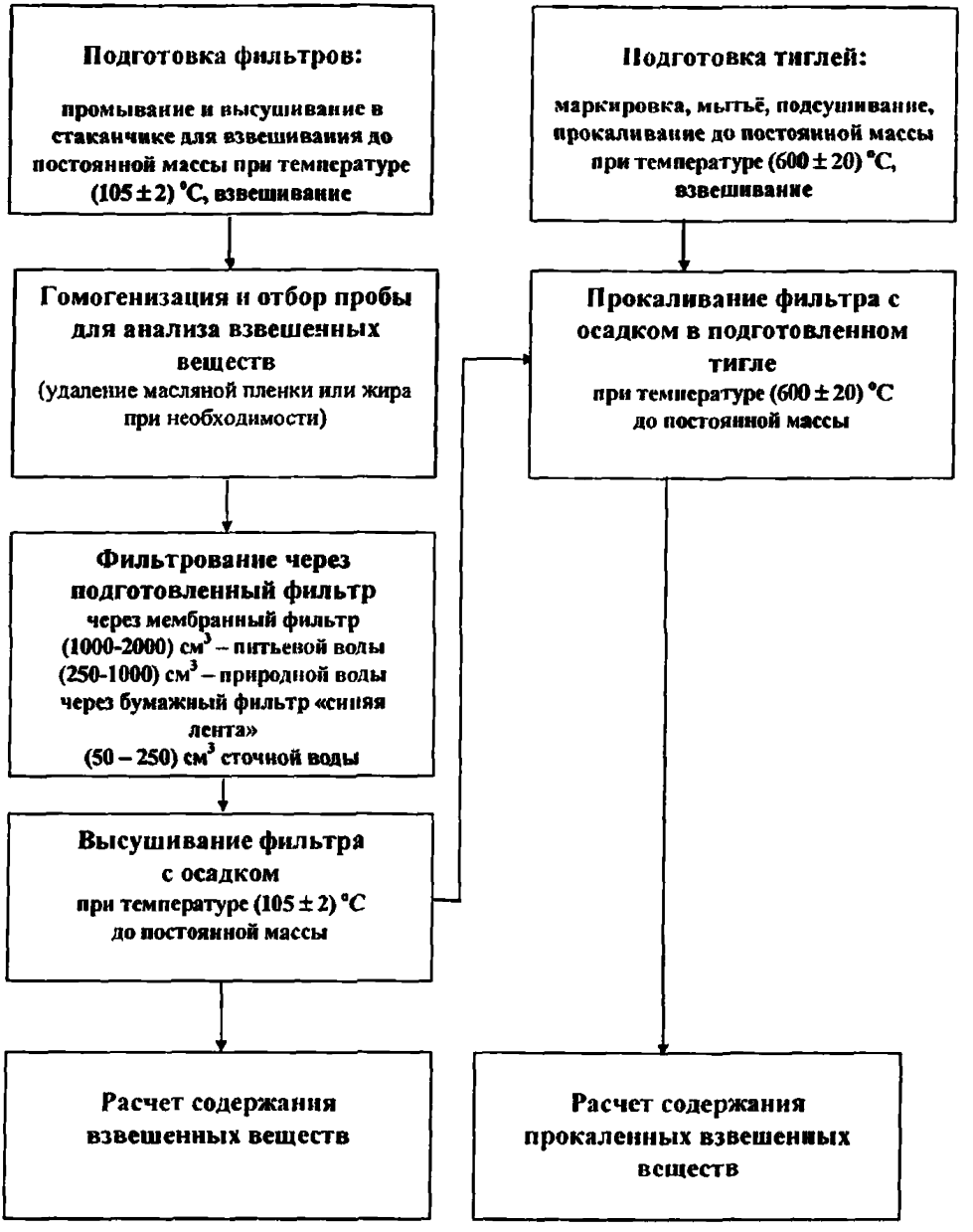
При эпизодическом выполнении анализов по методике проводят оперативный контроль показателя повторяемости. Для этого одну пробу из серии рабочих проб тщательно гомогенизируют, делят на две части и проводят анализ в условиях повторяемости. Далее результаты оценивают по 14.1

Таблица 2 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, %
Взвешенные вещества		
от 0,5 до 1,0 включ.	22	31
св. 1 до 10 включ.	20	25
св. 10 до 100 включ.	11	17
св. 100 до 5000 включ.	8	13
св. 5000 до 50000 включ.	6	7
Прокаленные взвешенные вещества		
от 0,5 до 1,0 включ.	28	34
св. 1 до 10 включ.	22	28
св. 10 до 100 включ.	17	21
св. 100 до 5000 включ.	11	14
св. 5000 до 50000 включ.	6	7

ПРИЛОЖЕНИЕ А

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ
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

№ 88-16207-073-RA.RU.310657-2017

Методика измерений массовых концентраций взвешенных и прокаленных взвешенных веществ в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом,

разработанная ЗАО «РОСА» (119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, строение 35),

предназначенная для контроля состава питьевых, природных и сточных вод,

и регламентированная в документе ПНД Ф 14.1:2:4.254-09 (издание 2017 г.) «Методика измерений массовых концентраций взвешенных и прокаленных взвешенных веществ в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом», утвержденном в 2017 г., на 13 стр.

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 21 ноября 2017 г.

Начальник АХУ УрО РАН Р.В. Зиновьев

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

Россия, 620990, г. Екатеринбург, ул. Первомайская, 91
Тел./факс (343) 362-33-97

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-073-RA.RU.310657-2017
об аттестации методики (метода) измерений
массовых концентраций взвешенных и прокаленных взвешенных веществ
в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом
на 1 листе
(обязательное)

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений определяемой характеристики, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, %
Взвешенные вещества			
От 0,5 до 1,0 включ.	8	11	22
Св. 1 до 10 включ.	7	9	18
Св. 10 до 100 включ.	4	6	12
Св. 100 до 5000 включ.	3	4,5	9
Св. 5000 до 50000 включ.	2	2,5	5
Прокаленные взвешенные вещества			
От 0,5 до 1,0 включ.	10	12	24
Св. 1 до 10 включ.	8	10	20
Св. 10 до 100 включ.	6	7,5	15
Св. 100 до 5000 включ.	4	5	10
Св. 5000 до 50000 включ.	2	2,5	5

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

СертиМет

gost.e-ecolog.ru