ЦЕНТР ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ ВОДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер
Центра исследования
и контроля воды
_____ Г.Ф. Глущенкова
"11" 11 2005 г.

Закрытое акционерное общество "Центр исследования и контроля воды" Санкт-Петербург

МЕТОДИКА

экстракционно-фотометрического определения
суммарного содержания анионных синтетических
поверхностно-активных веществ
в пробах сточных вод
ЦВ 2.04.04-91 "А"
ФР.1.31.2000.00158

Действует с изменением №1, №2

Санкт-Петербург

2005

gost.e-ecolog.ru

1 Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации анионных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в пробах сточных вод любой минерализации в диапазоне массовых концентраций от 0,02 до 350 мг/дм^3.

2 Значения характеристики погрешности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает с вероятностью P=0,95 получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации СПАВ, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95), ± Δ, мг/дм^3
от 0,02 до 1,0	0,01 + 0,2 · C
свыше 1,0 до 350	0,1 + 0,1 · C

Примечание – Если определяемая массовая концентрация СПАВ выше верхнего предела измерений, то допускается анализировать разбавленные пробы, проводя одновременно контроль точности результатов измерений в соответствии с 11.2.

3 Метод измерений

Определение анионных СПАВ (натриевые соли алкилбензолсульфонатов, алкилсульфонатов и алкилсульфатов) основано на взаимодействии с катионным красителем метиленовым голубым с образованием окрашенного комплексного соединения, экстрагируемого из водной среды хлороформом, и последующем фотометрировании хлороформного экстракта при длине волны λ=600-650 нм. (Измененная редакция. Изменение № 2)

Мешающее влияние сульфидов, полисульфидов и тиосульфатов устраняют добавлением фосфатного буферного раствора. При значительном содержании указанных соединений необходимо, кроме того, добавлять 2 см^3 перекиси водорода на каждые 100 см^3 пробы.

Влияние хлоридов, нитратов и белков устраняют промыванием хлороформных экстрактов кислым раствором метиленового голубого.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

4.1. Средства измерений

4.1.1. Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение при длине волны λ = 600 - 650 нм, кюветы с рабочей длиной 2,5 см или 2 и 3 см.

4.1.2. Весы лабораторные общего назначения г по ГОСТ 24104-88, 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200.

4.1.3. Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности.

4.1.4. Цилиндры или мензурки по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности.

4.1.5. Пипетки по ГОСТ 29227-91, 2 класса точности.

4.1.6. Стандартный образец состава додецилсульфата натрия, например ГСО 8049-94.

4.1.7. pH- метр лабораторный по ГОСТ 27987-88Е.

4.1.8 Часы песочные, например, по ОСТ 251138-84.

4.2.9 Экстрактор универсальный, со скоростью вращения не менее 1000 об/мин, например, ЭЛ-1. (Введено дополнительно. Изменение № 2)

4.2. Вспомогательное оборудование

4.2.1. Воронки делительные по ГОСТ 25336-82, вместимостью 250 $см^3$.

4.2.2. Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336-82.

4.2.3. Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.

4.2.4. Фильтры обеззоленные "белая лента" или "красная лента" по ТУ 6-09-1678-77.

4.2.5. Прибор для перегонки легколетучих растворителей.

4.3. Реактивы и материалы

4.3.1. Серная кислота по ГОСТ 4204-77, ч.д.а.

4.3.2. Хлороформ по ГОСТ 20015-74.

4.3.3. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-78, ч.д.а.

4.3.4. Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198-75 или калий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 2493-75, ч.д.а.

4.3.5. Натрий сернокислый, безводный по ГОСТ 4166-76.

4.3.6. Перекись водорода по ГОСТ 10929-76.

4.3.7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.3.8. Метиленовый голубой, N, N, N', N'-тетраметилтионил хлористый, трехводный, ч.д.а. по ТУ 60926-74.

4.3.9. Вата хлопковая по ГОСТ 5556-81.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, технические и метрологические характеристики которых не хуже указанных.

5 Требования безопасности

При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75.

При работе с электроустановками должны соблюдаться требования по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12. 4.009-83.

Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с нагревательными приборами. Организация обучения работающих безопасности труда должна производиться по ГОСТ 12.0.004-90.

6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются инженер или техник (лаборант) - химик со средним специальным образованием либо без специального образования, но со стажем работы в химической лаборатории не менее 2 лет, освоивший проведение экрстракционно-фотометрических измерений.

7 Условия выполнения измерений

При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать условия, установленные в руководстве по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

Измерения объемов воды и растворов производят при температуре окружающей среды от 15 до 25 ^{0}С. (Измененная редакция. Изменение № 1)

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Подготовка посуды

Посуду, применяемую для анализа, обрабатывают хромовой смесью, затем ополаскивают водопроводной и дистиллированной водой.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Фосфатный буферный раствор, pH = 10

Для приготовления буферного раствора 16,3308 г дигидрофосфата калия (калия фосфорнокислого однозамещенного) растворяют в 1200 $см^3$ дистиллированной воды, 5,04 г гидрооксида натрия растворяют в 630 $см^3$ дистиллированной воды, затем оба раствора смешивают. Срок годности раствора 3 месяца.

Буферный раствор можно приготовить также следующим образом:

13 г калия фосфорнокислого двузамещенного трехводного (10 г - безводного) растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют раствор гидроокиси натрия до pH = 10 (контролируют pH-метром), разбавляют дистиллированной водой до 1 $дм^3$ и перемешивают.

8.2.2 Нейтральный раствор метиленового голубого

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора 0,35 г метиленового голубого помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и перемешивая растворяют в дистиллированной воде, доводя раствор до метки. Рекомендуется раствор готовить за 24 часа до использования. Срок годности раствора - 3 месяца.

8.2.3 Кислый раствор метиленового голубого

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора 0,35 г метиленового голубого помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 6,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Рекомендуется раствор готовить за 24 часа до использования. Срок годности раствора - 3 месяца.

Примечание - В случае необходимости очистки растворов метиленового голубого от продуктов распада, окрашивающих хлороформ (метиленовый голубой в хлороформе не растворяется) и приводящих к искажению результатов анализа, производят их очистку (Приложение А).

8.2.4 Основной раствор с массовой концентрацией СПАВ 100 $мг/дм^3$ готовят из стандартного образца - додецилсульфата натрия согласно инструкции по его применению. Раствор устойчив в течение 2 недель.

8.2.5 Рабочий раствор № 1 с массовой концентрацией СПАВ 10 $мг/дм^3$ готовят десятикратным разбавлением основного раствора. Раствор следует хранить не более суток.

8.2.6 Рабочий раствор № 2 с массовой концентрацией СПАВ 1 $мг/дм^3$ готовят десятикратным разбавлением рабочего раствора № 1. Раствор следует хранить не более суток.

8.2.7 Приготовление градуировочных растворов для ручной экстракции (Измененная редакция. Изменение № 2)

Для определения градуировочной зависимости I в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят с помощью пипеток 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 12,0; 15,0 $см^3$ рабочего раствора № 1, доводят объем растворов в колбах до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация додецилсульфата в градуировочных растворах I составит соответственно: 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1,0; 1,6; 2,0; 2,4; 3,0 $мг/дм^3$. Первый градуировочный раствор с массовой концентрацией додецилсульфата равной нулю является холостой пробой. Каждый приготовленный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$. Далее определение производится как описано в 9.1, используя колбы для сбора экстракта вместимостью 50 $см^3$ и кюветы с рабочей длиной 2 или 2,5 см.

Для определения градуировочной зависимости II в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят с помощью пипеток 0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ рабочего рас-

твора № 2, доводят объем растворов в колбах до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация додецилсульфата в градуировочных растворах II составит соответственно: 0; 0,08; 0,12; 0,16; 0,20; 0,32; 0,40; 0,60; 0,80 мг/дм^3. Первый градуировочный раствор с массовой концентрацией додецилсульфата равной нулю является холостой пробой. Каждый приготовленный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Далее определение производится как описано в 9.1, используя колбы для сбора экстракта вместимостью 25 см^3 и кюветы с рабочей длиной 2,5 или 3 см.

8.2.8 Приготовление градуировочных растворов для экстракции с помощью экстрактора.

Для определения градуировочной зависимости III в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят с помощью пипеток 0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 рабочего раствора № 2, доводят объем растворов в колбах до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация додецилсульфата в градуировочных растворах III составит соответственно: 0; 0,08; 0,12; 0,16; 0,20; 0,32; 0,40; 0,60; 0,80 мг/дм^3 (расчет концентраций выполнен для объема хлороформа 25 см^3, взятого на экстракцию). Первый градуировочный раствор с массовой концентрацией додецилсульфата равной нулю является холостой пробой. Каждый приготовленный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Далее определение проводят как описано в 9.2, используя приемную емкость для сбора экстракта вместимость не менее 25 см^3 и кюветы с рабочей длиной 2,5 или 3 см.

Для определения градуировочной зависимости IV в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят с помощью пипеток 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 12,0; 15,0 см^3 рабочего раствора № 1, доводят объем растворов в колбах до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация додецилсульфата в градуировочных растворах IV составит соответственно: 0; 0,14; 0,29; 0,57; 0,86; 1,43; 2,29; 2,86; 3,43, 4,29 мг/дм^3 (расчет концентраций выполнен для объема хлороформа 35 см^3, взятого на экстракцию). Первый градуировочный раствор с массовой концентрацией додецилсульфата равной нулю является холостой пробой. Каждый приготовленный раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Далее определение проводят как описано в 9.2, используя приемную емкость для сбора экстракта вместимостью не менее 35 см^3 и кюветы с рабочей длиной 2 или 2,5 см. (Введено дополнительно. Изменение № 2)

8.3 Определение градуировочных зависимостей

Определяют градуировочные зависимости оптической плотности (D) от массовой концентрации СПАВ в градуировочных растворах (С). Для каждой зависимости рассчитывают коэффициент градуировочной зависимости (К):

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i \cdot \Delta D_i}{\sum_{i=1}^{n} \Delta D_i^2},$$

где $\Delta D_i = D_i - D_{хол}$

D_i - оптическая плотность градуировочных растворов;

$D_{хол}$ - оптическая плотность холостой пробы.

Контроль правильности определения градуировочной зависимости проводят по максимальному отклонению $K_i = C_i / \Delta D_i$ от К.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|Ki - K| / K \le (0{,}005 + 0{,}1 \cdot Ci) / Ci$$ - для диапазона от 0,02 до 1,0 мг/дм^3

$$|Ki - K| / K \le (0{,}05 + 0{,}05 \cdot Ci) / Ci$$ - для диапазона св.1,0 до 3,0 мг/дм^3

Контроль стабильности градуировочной зависимости проводят не реже 1 раза в квартал, по трем градуировочным растворам с различной массовой концентрацией СПАВ. Нор-

матив контроля стабильности градуировочной зависимости (G) равен 0,5Δ. В случае смены реактивов и превышения норматива G проводят новое определение градуировочной зависимости.

8.4 Общие требования к отбору проб для определения СПАВ по ГОСТ Р 51592-2000, или другого нормативного документа, утвержденного в установленном порядке. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,1 $дм^3$.

В связи с неустойчивостью анионных СПАВ, анализ рекомендуется проводить не позднее, чем через 6 часов после отбора проб воды. Если это невозможно, пробу консервируют, добавляя 2 $см^3$ формальдегида или хлороформа на 1 $дм^3$ воды и хранят в холодильнике при температуре 3 – 5 °С не более недели. Перед отбором аликвоты пробу подогревают до комнатной температуры и интенсивно перемешивают.

9 Выполнение измерений

9.1 Выполнение измерений с использованием ручной экстракции. (Измененная редакция. Изменение № 2)

Для анализа отбирают 100 $см^3$ пробы, или меньший ее объем (в зависимости от предполагаемой концентрации), доведенный дистиллированной водой до 100 $см^3$, и помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$. Далее в воронку вносят 5 $см^3$ нейтрального метиленового голубого, 10 $см^3$ фосфатного буферного раствора, перемешивают, приливают около 10 $см^3$ хлороформа и встряхивают в течение 1 - 2 минут желательно при горизонтальном положении воронки. После разделения слоев воронку встряхивают круговыми движениями для удаления капель со стенок воронки. Дают смеси отстояться и сливают слой хлороформа в другую делительную воронку, в которую предварительно наливают 100 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ кислого раствора метиленового голубого. Содержимое второй воронки встряхивают в течение 1 - 2 минут желательно при горизонтальном положении воронки. После разделения слоев воронку встряхивают круговыми движениями для удаления капель со стенок воронки. и после расслоения фильтруют хлороформный слой через пропитанную хлороформом вату в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ или 25 $см^3$ в зависимости от интенсивности окраски. Экстракцию в обеих делительных воронках повторяют, пока порция сливаемого хлороформа не будет бесцветной. Экстракты объединяют, разбавляют хлороформом до метки в колбах вместимостью 50 или 25 $см^3$ и хорошо перемешивают.

Измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны (610 ± 10) нм. При использовании колбы на 50 $см^3$ измерения проводят в кюветах с рабочей длиной 2,0 или 2,5 см, при использовании колбы на 25 $см^3$ измерения проводят в кюветах с рабочей длиной 2,5 или 3,0 см. Измерения проводят относительно кюветы с хлороформом или относительно холостой пробы в зависимости от типа прибора.

Примечание - Для измерений слабоокрашенных экстрактов (диапазон концентраций от 0,0 до 0,8 мг/$дм^3$) возможно использовать длину волны 650 нм.

(Измененная редакция. Изменение № 2)

9.2 Выполнение измерений с использованием экстрактора.

Для анализа отбирают 100 $см^3$ пробы, или меньший ее объем (в зависимости от предполагаемой концентрации), доведенный дистиллированной водой до 100 $см^3$, и помещают в первую делительную воронку вместимостью 250 $см^3$. Далее в воронку вносят 5 $см^3$ раствора нейтрального метиленового голубого, 10 $см^3$ фосфатного буферного раствора, приливают 25 $см^3$ хлороформа и проводят экстракцию 1 мин с использованием экстрактора при скорости вращения 1000 об/мин. После разделения слоев визуально контролируют интенсивность окраски:

- **- если окраска слабая, экстрагируют еще 1 мин и сливают слой хлороформа во вторую делительную воронку, в которую предварительно наливают 100 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 кислого раствора метиленового голубого.**
- **- если окраска экстракта интенсивная, то слой хлороформа сливают в сборную емкость. В первую воронку добавляют 10 см^3 хлороформа и проводят повторную экстракцию 1 мин, далее экстракты объединяют и помещают во вторую делительную воронку, в которую предварительно наливают 100 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 кислого раствора метиленового голубого.**

Содержимое второй делительной воронки экстрагируют с использованием экстрактора 1 мин при скорости вращения 500 об/мин. После разделения слоев хлороформный слой фильтруют через фильтр «красная лента», смоченный хлороформом в приемную емкость.

Измеряют оптическую плотность фильтрата на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны (610 ± 10) нм. При использовании 25 см^3 хлороформа для экстракции измерения проводят с использованием III градуировочной зависимости в кюветах с рабочей длиной 2,5 или 3,0 см. При использовании 35 см^3 хлороформа для экстракции измерения проводят с использованием IV градуировочной зависимости в кюветах с рабочей длиной 2,0 или 2,5 см Измерения проводят относительно кюветы с хлороформом или относительно холостой пробы в зависимости от типа прибора.

Примечание - Для измерений слабоокрашенных экстрактов (диапазон концентраций от 0,0 до 0,8 мг/дм^3) возможно использовать длину волны 650 нм.

(Введено дополнительно. Изменение № 2)

9.3 Одновременно с серией проб выполняют холостой опыт со 100 см^3 дистиллированной воды.

9.4 Если при экстракции хлороформом проб воды образуется эмульсия, не расслаивающаяся длительное время, в пробу добавляют сульфат натрия безводный (около 5 г на 100 см^3 пробы).

Примечание - При получении в результате анализа экстракта хлороформа с нехарактерной окраской (по отношению к окраске экстракта хлороформа при определении градуировочной зависимости) проводят дополнительное определение цветности пробы. Для этого проба подвергается анализу согласно 9.1 или 9.2, но без добавления метиленового голубого. Объемы пробы, взятой для проведения анализа и определения цветности, должны быть равны. Оптическая плотность, полученная при определении цветности, вычитается из измеренной оптической плотности анализируемой пробы.

10 Вычисление и оформление результатов измерений

10.1 Массовую концентрацию анионных СПАВ в исследуемой пробе воды в мг/дм^3 рассчитывают по формуле:

$$C_{СПАВ} = \frac{K \cdot \Delta D \cdot V}{V_{пр}},$$

где K - коэффициент градуировочной зависимости I или II;

ΔD -оптическая плотность анализируемой пробы за вычетом оптической плотности холостой пробы;

$V_{пр}$ - объем пробы сточной воды, взятой для анализа см^3;

V - объем хлороформных экстрактов пробы, см^3.

При использовании градуировочной зависимости I - V = 50 см^3; при использовании градуировочной зависимости II - V = 25 см^3.

В случае разбавления исходной пробы воды, результат необходимо умножить на кратность разбавления.

10.2 Массовую концентрацию анионных СПАВ в исследуемой пробе воды в мг/дм^3, экстрагируемых с использованием экстрактора, рассчитывают по формуле:

$$C_{СПАВ} = \frac{K \cdot \Delta D \cdot V}{V_{пр}},$$

где K - коэффициент градуировочной зависимости III или IV;

Δ D-оптическая плотность анализируемой пробы за вычетом оптической плотности холостой пробы;

$V_{пр}$- объем пробы сточной воды, взятой для анализа см^3;

V- объем хлороформа, взятый для проведения экстракции, см^3. (Измененная редакция. Изменение № 2)

10.3 При необходимости проверки приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости (например, по требованию заказчика или в случае анализа сложных проб) получают два результата измерений массовой концентрации СПАВ в пробах сточных вод по разделу 9 в условиях повторяемости. Проверяют приемлемость результатов измерений c_1 и c_2, сравнивая расхождение между ними с пределом повторяемости (r для $n = 2$, таблица 2). Если полученное значение расхождения не превышает предела повторяемости, то за результат измерений массовой концентрации СПАВ в пробе сточной воды принимают среднее из двух полученных значений c_1 и c_2. В противном случае процедуру повторяют.

10.4 Оформление результатов измерений

Результаты измерений массовой концентрации СПАВ в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$C \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3,$$

где Δ - абсолютная погрешность измерения массовой концентрации СПАВ, мг/дм^3, при доверительной вероятности P = 0,95, таблица 1.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и контроля стабильности правильности рутинного анализа. Средство контроля готовят из стандартного образца додецилсульфата натрия и анализируют согласно разделу 9. При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения стандартного отклонения промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», $\sigma_{I(T,O,E)}$, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации СПАВ, (С), мг/дм^3	Предел повторяемости ($n = 2$), r, мг/дм^3	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»), $\sigma_{I(T,O,E)}$, мг/дм^3
от 0,02 до 1,0 включ.	0,3 · С + 0,01	0,12 · С + 0,004
св. 1,0 до 350 включ.	0,15 · С + 0,1	0,06 · С + 0,04

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе повторяют градуировку прибора, проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Периодичность проведения контроля стабильности результатов измерений устанавливают индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с документами по внутрилабораторному контролю качества результатов анализа.

11.2 Оперативный контроль точности

При внедрении методики в практику работы лаборатории проводят контроль точности результатов измерений массовой концентрации СПАВ, используя метод добавок в пробы различных типов вод, анализируемых в лаборатории.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|Ск - Ср - Сд| \leq К,$$

где Ср - измеренное значение массовой концентрации СПАВ в пробе без добавки;

Ск - измеренное значение массовой концентрации СПАВ в пробе с добавкой;

Сд - рассчитанное значение увеличения массовой концентрации СПАВ в пробе за счет введения добавки;

К - норматив оперативного контроля точности, который рассчитывают по формуле:

$$K = 0{,}84\sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2},$$

где Δ_1 и Δ_2 - абсолютные погрешности определения массовой концентрации СПАВ в пробе с добавкой и в пробе без добавки.

При превышении нормативов оперативного контроля эксперимент повторяют. В случае повторного превышения нормативов выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля.

После внедрения МВИ в практику работы лаборатории при необходимости проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят межлабораторные сравнительные испытания с использованием данной методики для оценки стандартного отклонения воспроизводимости. В случае невозможности организации межлабораторных сравнительных испытаний допускается, согласно МИ 2336-2002, оценить значение стандартного отклонения воспроизводимости, σ_R, по формуле:

$\sigma_R = 1{,}2 \cdot \sigma_{I(T,O,E)}$. Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, пункт 5.3. Сопоставление альтернативных методов измерений проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, раздел 8.

Приложение А
(рекомендуемое)

Метод очистки метиленового голубого

В делительную воронку наливают 5 $см^3$ растворов метиленового голубого, добавляют 5-7 $см^3$ хлороформа, встряхивают 10-15 раз, дают отстояться и сливают хлороформ. Эту операцию повторяют 2-3 раза до исчезновения голубого или слегка фиолетового цвета хлороформа.

Приложение Б
(информационное)

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний

Оценки стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости

В таблице Б.1 представлены данные по результатам межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ), проведенных Органом по аккредитации ЦИКВ среди аккредитованных лабораторий. Представленные данные не применимы для обобщений.

Таблица Б.1

Наименование образца	Дата МСИ	p	n	μ, мг/дм^3	y, мг/дм^3	s_r, мг/дм^3	s_r, %	s_R, мг/дм^3	s_R, %
Очищенная сточная вода	17.12.96	12	2	-	0,076	0,0049	6	0,0056	7
Очищенная сточная вода	19.05.99	10	2	-	0,035	0,0014	4	0,0074	21
Контрольный образец	20.04.2004	7	1	5	5,07	-	-	0,23	5
Контрольный образец	20.04.2004	7	1	20	20,06	-	-	0,35	2

p – количество лабораторий;

n – количество измерений, полученных в каждой лаборатории;

μ – аттестованное значение массовой концентрации СПАВ в образце;

y – общее среднее значение массовой концентрации СПАВ в образце;

s_r – оценка стандартного отклонения повторяемости результатов измерений;

s_R – оценка стандартного отклонения воспроизводимости результатов измерений.

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Всего листов	Номера листов (страниц) с изменением, в том числе:			Номер и название документа, на основании которого вносятся изменения	Дата введения изменения	Фамилия лица, ответственного за регистрацию изменения	Подпись Дата
		измененных	новых	аннулированных				
1	1	3	—	—	—	27.04.07	Попов	07.02.08
2	7	7	—	—	—	05.02.09	Попов	09.02.2009

Центр Исследования и Контроля Воды
аккредитован в Системе аккредитации аналитических лабораторий (центров)
Госстандарта России, № Госреестра РОСС RU.0001.510045
Метрологическая служба аккредитована на право аттестации методик выполнения измерений и проведения метрологической экспертизы документов, в том числе применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора,
№ Госреестра 01.00031-97

199034, Санкт-Петербург, Университетская наб., 7/9
Факс (812) 323 -04-79

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 070051

о метрологической аттестации
методики экстракционно-фотометрического определения суммарного содержания анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах сточных вод
ЦВ 2.04.04-91 «А»

Методика экстракционно -фотометрического определения суммарного содержания анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах сточных вод (ЦВ 2.04.04 - 91 «А»),

разработанная Центром исследования и контроля воды,

регламентированная в документе: «Методика экстракционно-фотометрического определения суммарного содержания анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах сточных вод (ЦВ 2.04.04 - 91«А»)»

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ, метрологической экспертизы материалов по ее разработке и данным внутрилабораторного контроля, полученным в 1997-1999 годах.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Диапазон измерений массовой концентрации анионных СПАВ, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95) ± Δ, мг/дм^3
от 0,02 до 1,0	0,01 + 0,2·C
свыше 1,0 до 350	0,1 + 0,1·C

Свидетельство выдано 30 мая 2000 года

Директор Н.П. Ушаков

Главный метролог С.А. Виноградов

gost.e-ecolog.ru