4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.007 – 13

Издание официальное

Федеральное медико-биологическое агентство

Москва 2013

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. Разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный научный центр Российской Федерации – Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России) (Л.П.Болтромеюк, Т.В.Рябова).

2. Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р .8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Метрологической службой Федерального государственного бюджетного учреждения Государственный научный центр Российской Федерации «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» ФМБА России, Свидетельство об аттестации № 222.0167/01.00258/2012 от 17.07.2012 г.

3. Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 08 февраля 2013 г. №01).

4. Утверждены и введены в действие заместителем руководителя Федерального медико-биологического агентства, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям «08» февраля 2013 г.

5. Введены взамен МУК 4.1.030-08 «Методика выполнения измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод фотоколориметрическим методом».

Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ

"О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения"

«...Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения – состояние здоровья населения, среды обитания человека, при котором отсутствует вредное воздействие среды обитания на человека и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» (статья 1).

«Критерии безопасности и (или) безвредности для человека водных объектов, в том числе предельно допустимые концентрации в воде химических, биологических веществ, микроорганизмов, уровень радиационного фона устанавливаются санитарными правилами» (статья 18).

«Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц (статья 39).

«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность, в соответствии с законодательством Российской Федерации (статья 55).

СОДЕРЖАНИЕ

		Стр.
1	**ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**	4
2	**НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**	5
3	**ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**	7
4	**ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ**	9
	4.1 Физико-химические и токсические свойства формальдегида	9
	4.2 Метод измерений	10
	4.3 Требования к показателям точности измерений	10
5	**СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**	11
	5.1 Средства измерений	11
	5.2 Вспомогательные устройства и материалы	12
	5.3 Реактивы	12
6	**ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**	12
7	**ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ**	14
8	**ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**	14
9	**ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**	14
	9.1 Подготовка фотометра к работе	14
	9.2 Приготовление растворов	14
10	**ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**	15
11	**ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**	16
	11.1 Анализ проб	16
	11.2 Построение градуировочных графиков	17
	11.3 Контроль стабильности градуировочного графика	20
12	**ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	21
13	**ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**	21
14	**ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ**	22
15	**КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ**	22
	БИБЛИОГРАФИЯ	24
	ПРИЛОЖЕНИЕ	25

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя Федерального
медико-биологического агентства
Главный государственный санитарный
врач по обслуживаемым организациям и
обслуживаемой территории



В. В. Романов

2013 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных и очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.001 -13

I ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных и очищенных сточных талых (снег) вод в диапазоне (0,025 – 4,000) мг/дм^3.

1.2 Методика предназначена для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих оценку соответствия гигиеническому нормативу содержания формальдегида в пробах воды, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования» (зарегистрированы в Министерстве юстиции Российской Федерации 19 мая 2003 г., регистрационный № 4568)

ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

ГОСТ 8.207-76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417-2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 12.0.003-74 Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

ГОСТ 12.1.010-76 Система стандартов безопасности труда. Взрывоопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.004-74 Система стандартов безопасности труда. Респираторы фильтрующие противогазовые РПГ-67. Технические условия

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.1.1.01-77 Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения

ГОСТ 17.1.3.08-82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод

ГОСТ 17.1.3.13-86 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнения

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 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы, бытовые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 22153-76 Реактивы. Гидразин дигидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-8) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 1.4-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения

ГОСТ Р 1.5-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения

ГОСТ Р 8.563-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

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

ГОСТ Р ИСО 5725(1-6)-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений

Примечание - При пользовании методикой целесообразно проверять действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по

состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящих методических указаниях применяют следующие термины с соответствующими определениями:

- **методика измерений**: Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности;

- **результат измерений**: Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений /ГОСТ Р ИСО 5725-1/;

- **аттестация методик выполнения измерений**: Исследование и подтверждение соответствия методик выполнения измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям;

- **методические указания по методам контроля (МУК)**: Документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения /Р 1.1.002, Р 1.1.003/ [1,2];

- **показатель точности измерений**: Установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;

- **аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь); АС**: Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величин, характеризующих состав смеси /РМГ 60/ [3];

- **метрологические характеристики АС**: Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценивания погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];

- аттестуемая характеристика АС: Величина, характеризующая содержание определенного компонента вещества (материала) АС, значение которой подлежит установлению при аттестации АС /РМГ 60 / [3];

- аттестованное значение АС: Значение аттестуемой характеристики АС, установленное при аттестации АС /РМГ 60/ [3];

- погрешность аттестованного значения АС (погрешность АС): Отклонение аттестованного значения АС от истинного значения аттестуемой характеристики экземпляра;

- метрологические характеристики АС: Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценки погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];

- природная вода: Воды Земли с содержащимися в них твердыми, жидкими и газообразными веществами / ГОСТ 19179/;

- поверхностные воды: Воды, находящиеся на поверхности суши в виде различных водных объектов / ГОСТ 19179/;

- сточная вода (в том числе сточная нормативно-очищенная): Воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека /ГОСТ 17.1.1.01/;

- нормативно-очищенные сточные воды: Сточные воды, отведение которых после очистки в водные объекты не приводит к нарушению норм качества воды в контролируемом створе /ГОСТ 17.1.1.01/;

- питьевая вода: Вода по качеству в естественном состоянии или после подготовки отвечающая гигиеническим нормативам и предназначенная для удовлетворения питьевых и бытовых потребностей человека либо для производства продукции, потребляемой человеком /ГОСТ 30813/;

- проба воды: Определенный объем воды, отобранный для исследования её состава и свойств /ГОСТ 30813/;

- вода водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно - бытового водопользования: Подземные и поверхностные водоисточники, используемые для централизованного и нецентрализованного водоснабжения населения, для рекреационного и культурно-бытового водопользования, а также питьевая вода и вода в системах горячего водоснабжения / ГН 2.1.5.1315/;

- предельно допустимая концентрация (ПДК) химического вещества в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования:

Максимальная концентрация вещества в воде, которая при поступлении в организм в течение всей жизни не должна оказывать прямого или опосредованного влияния на здоровье населения в настоящем и последующем поколениях, в том числе в отдаленные сроки жизни, а также не ухудшать гигиенические условия водопользования /ГН 2.1.5.1315/;

- предельно допустимая концентрация веществ в воде: Концентрация веществ в воде, выше которой вода непригодна для одного или нескольких видов водопользования /ГОСТ 27065/.

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

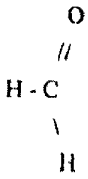
4.1 Физико-химические и токсические свойства формальдегида [4]

Формальдегид.

Химическое название по IUPAC – метаналь

Молекулярная формула CH_2O

Структурная формула



Регистрационный номер по CAS 50-00-0

Молекулярная масса 30,03

Формальдегид – бесцветный газ с резким специфическим запахом. Точка кипения 19^0С, точка плавления 92^0С. Хорошо растворим в воде. 40% водный раствор формальдегида носит название формалина. Формальдегид легко полимеризуется, образуя параформальдегид.

Формальдегид относится к веществам 2 класса опасности. Обладает резко выраженным действием на слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаза. При однократном воздействии отмечалось обильное слюнотечение, выделение пенистой жидкости из носа, иногда рвота, затруднение дыхания, одышка, снижение артериального давления. При повторном и длительном поступлении проявляет кумулятивные свойства. При попадании раствора формалина на кожу могут возникнуть дерматиты.

Порог раздражающего действия формальдегида для человека составляет (1 – 2,4) мг/м^3, порог запаха –(0,05 –0,3) мг/м^3.

Формальдегид устойчив в воде, почве, растениях. В природе встречается постоянно вследствие фотохимического окисления метана; в результате взаимодействия различных химических высокоактивных элементов (азот и др.) с углеводородами и некоторыми другими продуктами; при попадании с выхлопными газами автотранспорта и др. Содержится

и в незагрязнённой воде в концентрациях (0,005 – 0,0075) мг/дм^3. Как продукт жизнедеятельности формальдегид является естественным компонентом живого организма, содержится в ряде овощей и фруктовых культур. В томатах, моркови, редисе, шпинате содержится от (0,0033 до 0,01) мг/кг, яблоках и зеленом луке – (0,0133 – 0,0263) мг/кг.

Предельно допустимая концентрация формальдегида в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно бытового водопользования - 0,05 мг/дм^3 (ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования»).

4.2 Метод измерений

Метод измерений основан на взаимодействии формальдегида с динатриевой солью хромотроповой кислоты с образованием в среде концентрированной серной кислоты комплекса красно – фиолетового цвета.

4.3 Требования к показателям точности измерений

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

Таблица 1-Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (граница относительной погрешности при доверительной вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (граница относительной погрешности при доверительной вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
Питьевые воды				
от 0,025 до 0,200 вкл.	6	11	8	23
св. 0,200 до 4,000 вкл.	4	8	6	17
Природные, сточные и талые (снег) воды				
от 0,025 до 0,200 вкл.	6	11	8	23
св. 0,200 до 4,000 вкл.	4	8	6	17

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в конкретной лаборатории.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

5.1 Средства измерений

Таблица 2-Средства измерений

Наименование средства измерения (обозначение стандарта, ТУ, ТД на СИ)	Наименование измеряемой величины	Погрешность
Фотометр фотоэлектрический КФК-3, ТУ 3-3.2164-89 [5]	оптическая плотность	3 %
Весы лабораторные ВЛР-200, 2-го класса, ГОСТ Р 53228-2008, ГОСТ 24104-2001 [6]	миллиграмм	0,75
Весы электронные Scout SC2020, «OHAUS», 4-го класса, ГОСТ 24104-2001 [6]	грамм	0,01
Пипетки мерные, ГОСТ 29227-91 2-1-2-1 2-1-2-5 2-1-2-10	кубический сантиметр	 ± 0,01 ± 0,05 ± 0,05
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74 2-50-2 2-100-2 2-200-2	кубический сантиметр	 ± 0,1 ± 0,2 ± 0,4
Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74 1-25 или 3-25	кубический сантиметр	 ± 0,3 ± 0,3
Стаканы мерные, ГОСТ 25336-82 В-1-50 ХС В-1-500 ХС	кубический сантиметр	 ± 1,0 ± 2,0
Государственный стандартный образец состава раствора формальдегида с массовой концентрацией 1 мг/см^3, ГСО 7347-96	миллиграмм в кубическом сантиметре	1 %

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Плитка электрическая	ГОСТ 14919-83
Баня водяная с электроподогревом	ТУ 64-1-7850-76 [7]
Штативы для пробирок на 40 гнезд	ТУ У 25.2-14307481-046:2008 [8]
Воронка делительная вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Прибор для отгонки проб, состоящий из следующих деталей:	Рисунок 1
- колба круглодонная тип ККШ вместимостью 250 или 500 $см^3$, 29/32 ТС с дефлегматором 14/23	ГОСТ 25336-82
- холодильник типа ХШ 200 14/23	ГОСТ 25336-82
- приемник-цилиндр мерный 1-25 или 3-25	ГОСТ 1770-74
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181-76 [9]
Штатив лабораторный ШЛ –02	ТУ У 33.1-14310460-10712001 [10]
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [11]
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72

5.3 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Серная кислота, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Хромотроповой кислоты динатриевая соль - 1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль, х.ч.	ТУ 6-09-05-1371-88 [12]
Натрия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 4328-77
Гидразин солянокислый, ч.д.а.	ГОСТ 22153-76

Примечание: Допускается применение иных средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной методики. Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений концентраций формальдегида соблюдают следующие требования:

К работе допускаются лица, сдавшие экзамен по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004.

Работы по подготовке и проведению измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории – ГОСТ 12.0.003, с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007, при эксплуатации электрооборудования – ГОСТ Р 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывоопасности, установленные ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Стандартный образец формальдегида находится в запаянной маркированной стеклянной ампуле, которая хранится в холодильнике.

Все работы – вскрытие ампулы, приготовление растворов формальдегида следует осуществлять в вытяжном шкафу в резиновых перчатках при температуре в помещении (20±2)°С. При этом температура в течение всех процедур не должна изменяться больше, чем на 0,5°С.

При использовании и работе со стандартными образцами следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007. Содержание формальдегида в воздухе не должно превышать в соответствии с ГОСТ 12.1.005, величину гигиенического норматива формальдегида в воздухе рабочих помещений, равную 0,5 мг/м^3 (ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»).

В комнате в период работы не должно быть источников открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находится:

- противогаз;

- средства тушения (песок, асбестовое одеяло, совок, огнетушитель любой марки).

Отработанные растворы формальдегида разбавляют водой до величины гигиенического норматива (ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования») – 0,05 мг/дм^3 и сливают в канализацию.

Остатки почвы, загрязненной формальдегидом, заливают водой из расчета не менее 1:2, встряхивают, сливают экстракт в специальную емкость, разбавляют, при необходимости, до величины гигиенического норматива и сливают в канализацию. Почву помещают в контейнер для мусора.

При случайных проливах засыпают песком, который затем отправляют на выжигание.

При проливах рабочих растворов место пролива дегазируют 10% раствором хлорного железа или хлорной извести.

Все работы по дегазации проводят в противогазе и резиновых перчатках.

При попадании формальдегида или его растворов на кожу его сразу обильно смывают водой, затем моют водой с мылом. При попадании в глаза следует немедленно сильно промыть водой, затем 0,5% раствором борной кислоты и отправить пострадавшего в медпункт.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта – химика со средним специальным образованием, ознакомленные с действующими правилами и техникой безопасности работы с формальдегидом.

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, ^{0}С	+10...+35
Атмосферное давление, мм рт. ст.	630 - 800
Относительная влажность воздуха, %	30 - 85
Напряжение в сети, В	220 ± 20
Частота питающей сети, Гц	50 ± 0,5

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

9.1 Подготовка фотометра к работе

Подготовка фотометра к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.2 Приготовление растворов

10.2.1 Приготовление 2% раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты

Взвешивают на аналитических весах 2 г динатриевой соли хромотроповой кислоты, вносят в колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение рабочего дня.

9.2.2 Приготовление 40% раствора едкого натрия

В термостойком стакане растворяют 40 г едкого натрия в 60 $см^3$ дистиллированной воды.

9.2.3 Приготовление 0,1 N раствора серной кислоты

В мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ наливают 50-70 $см^3$ дистиллированной воды, осторожно добавляют 0,56 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют до метки дистиллированную воду и перемешивают.

9.2.4 Приготовление аттестованных растворов формальдегида

9.2.4.1 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией формальдегида 10 мкг/$см^3$

Вскрывают ампулу ГСО с концентрацией формальдегида 1 мг/$см^3$, помещают в сухую пробирку с притертой пробкой. С помощью пипетки вместимостью 1 $см^3$ отбирают 0,5 $см^3$ раствора ГСО, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор устойчив в течение рабочего дня.

9.2.4.2 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 2 с массовой концентрацией формальдегида 1 мкг/$см^3$

Пипеткой вместимостью 10 $см^3$ отбирают 10 $см^3$ аттестованного рабочего раствора № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор устойчив в течение рабочего дня.

Примечание: Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций формальдегида в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [3], приведены в Приложении.

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб питьевой воды производится по ГОСТ Р 51593, проб из источников водоснабжения и сточных вод - по ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ Р 51592. Объем отобранной пробы 100-150 $см^3$. Срок хранения – не более суток при температуре не более 10°С.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Анализ проб

Одновременно анализируют две параллельные пробы.

11.1.1 Ход измерения массовой концентрации формальдегида в питьевой воде

В пробирки вносят 2 $см^3$ анализируемой пробы, 3 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 0,5 $см^3$ 2% раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты (п.9.2.1), осторожно перемешивают и ставят в кипящую водяную баню на 30 минут. После охлаждения до комнатной температуры измеряют оптическую плотность растворов на фотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 590 нм относительно одновременно приготовленной контрольной пробы.

Для приготовления контрольной пробы берут 2 $см^3$ дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше.

Концентрацию формальдегида находят по градуировочному графику.

11.1.2 Ход измерения массовой концентрации формальдегида в природной и очищенной сточной воде

В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 20 $см^3$ анализируемой пробы, доводят 40% едким натрием (п.9.2.2) до pH 8-9, добавляют 0,5 г солянокислого гидразина, тщательно перемешивают и оставляют стоять на 20 минут. Затем всё переносят в колбу прибора для отгонки проб (рис. 1), добавляют 5 $см^3$ едкого натрия, подсоединяют колбу к холодильнику и отгоняют 20 $см^3$ пробы в мерный цилиндр или мерный стакан вместимостью 50 $см^3$, в который предварительно наливают 2 $см^3$ 0,1 N раствора серной кислоты. На мерном стакане ставят метку, соответствующую 22 $см^3$.

Пипеткой отбирают 2 $см^3$ отгона, помещают в пробирку, добавляют 3 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 0,5 $см^3$ 2% раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты (п.9.2.1) и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 минут. После охлаждения до комнатной температуры измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 590 нм относительно одновременно приготовленной контрольной пробы.

Для приготовления контрольной пробы берут 20 $см^3$ дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше.

Концентрацию формальдегида находят по градуировочному графику.

11.2 Построение градуировочных графиков

Градуировочные графики, выражающие зависимость оптической плотности растворов от массовой концентрации формальдегида, устанавливают по десяти градуировочным растворам.

11.2.1 Построение градуировочного графика при определении формальдегида в питьевой воде

Для построения градуировочного графика в ряд пробирок добавляют аттестованные рабочие растворы формальдегида и дистиллированную воду в соответствии с таблицей 3. Дальнейшую подготовку и анализ проводят, как описано выше при анализе проб питьевой воды (п.11.1.1).

Таблица 3-Алгоритм приготовления градуировочных растворов формальдегида для построения градуировочного графика.

Состав градуировочного раствора	Номера градуировочного раствора										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Аттестованный раствор с массовой концентрацией формальдегида, 1,0 мкг/см^3, см^3	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8				
Аттестованный раствор с массовой концентрацией формальдегида, 10,0 мкг/см^3, см^3								0,1	0,2	0,4	0,8
Дистиллированная вода, см^3	2,0	1,95	1,9	1,8	1,6	1,4	1,2	1,9	1,8	1,6	1,2
Содержание формальдегида в пробе, мкг	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	4,0	8,0
Массовая концентрация формальдегида, мг/дм^3	0	0,025	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	1,0	2,0	4,0

Прибор для отгонки проб

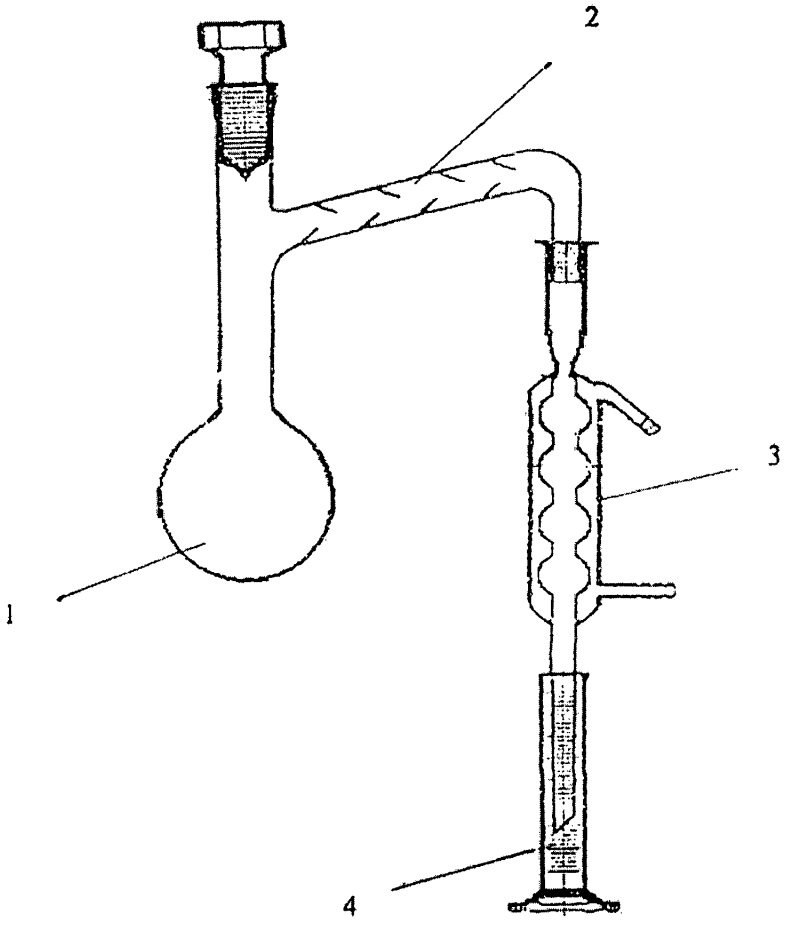


Рис. 1

1 Колба перегонная вместимостью 250 или 500 см^3
2 Дефлегматор
3 Холодильник шариковый
4 Приемник - цилиндр

11.2.2 Построение градуировочного графика при определении формальдегида в природных и очищенных сточных водах

Для построения градуировочного графика в ряд конических колб добавляют аттестованные рабочие растворы формальдегида и дистиллированную воду в соответствии с таблицей 4. Доводят 40% раствором едкого натрия до pH 8-9 и дальнейшую подготовку и анализ проводят, как описано выше при анализе проб природных и очищенных сточных вод (п.11.1.2).

При построении графиков необходимо провести не менее 10 измерений каждой из десяти концентраций формальдегида в течение нескольких дней, готовя при этом новые рабочие аттестованные растворы. По среднеарифметическим результатам строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс концентрацию формальдегида в мг/дм^3, по оси ординат - оптическую плотность.

Таблица 4-Алгоритм приготовления градуировочных растворов формальдегида для построения градуировочного графика.

Состав градуировочного раствора	Номера градуировочного раствора										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Аттестованный раствор с массовой концентрацией формальдегида, 1,0 мкг/см^3, см^3	0	0,5	1,0	2,0							
Аттестованный раствор с массовой концентрацией формальдегида, 10,0 мкг/см^3, см^3					0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	4,0	8,0
Дистиллированная вода, см^3	20,0	19,5	19,0	18,0	19,6	19,4	19,2	19,0	18,0	16,0	12,0
Содержание формальдегида в пробе, мкг	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	20,0	40,0	80,0
Массовая концентрация формальдегида, мг/дм^3	0	0,025	0,05	0,1	0,2	0,3	0.4	0,5	1,0	2,0	4,0

При замене реактивов и средств измерения градуировочный график строят заново.

11.3 Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика необходимо проводить перед выполнением анализов каждой партии проб, поступивших на анализ.

Для этого берут не менее трех градуировочных растворов формальдегида и анализируют, как описано выше.

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

$$X - C \le \Delta_{гр}, \qquad (1)$$

где: X - результат измерения массовой концентрации формальдегида в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C - аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в градуировочном растворе, мг/дм^3;

$\Delta_{гр}$ - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мг/дм^3.

Значения $\Delta_{гр}$ устанавливают при построении градуировочного графика. При этом для каждого градуировочного раствора по соответствующим формулам рассчитывают:

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации формальдегида:

$$\overline{X_i} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}, \qquad (2)$$

где: n - число измерений;

X_i - результат измерения массовой концентрации формальдегида в i-ой пробе градуировочного раствора, мг/дм^3.

- среднее квадратическое отклонение результата измерения:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X_i})^2}{n-1}}, \qquad (3)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta\overline{X_i} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \qquad (4)$$

где: t - коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

- относительную погрешность результата измерения:

$$\delta_{гр} = \frac{\Delta \overline{X_i}}{\overline{X_i}} \cdot 100\%; \quad \Delta_{гр} = 0{,}01\delta_{гр} \cdot C, \text{ мг/дм}^3 \qquad (5)$$

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию формальдегида в каждой параллельной пробе в мг/дм^3 находят по градуировочному графику. Если пробы предварительно разбавлялись, учитывают разведение.

За результат анализа ($\overline{X}$) принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 ($\overline{X}=(X_1+X_2)/2$), расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения пределов повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. При повторном превышении предела повторяемости необходимо выяснить причины получения неприемлемых результатов параллельных определений и устранить их.

Таблица 5-Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений). r, %
Питьевые воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	17
св. 0,200 до 4,000 вкл.	11
Природные, сточные и талые (снег) воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	17
св. 0,200 до 4,000 вкл.	11

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения $\overline{X}$ в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде: $\overline{X} \pm \Delta$, P=0,95, где $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}$ ($\overline{X}$ – массовая концентрация формальдегида в пробе).

Значения δ приведены в таблице 1.

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

$\overline{X} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где: $\overline{X}$ - результат измерения, 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.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости руководителем организации (предприятия), подпись которого заверяется печатью.

Примечание: Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84\ \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля результатов измерений.

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения пределов воспроизводимости приведены в таблице 6.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 6-Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Питьевые воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	30
св. 0,200 до 4,000 вкл.	22
Природные, сточные и талые (снег) воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	30
св. 0,200 до 4,000 вкл.	22

15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок.

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K_д$.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | \bar{X}' - \bar{X} - C |, \quad (6)$$

где: $\bar{X}'$ - результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе с известной добавкой;

$\bar{X}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе;

C - величина добавки.

Норматив контроля $K_д$ рассчитывают по формуле:

$$K_д = \sqrt{(\Delta_л)^2 + (\Delta_{л'})^2}, \quad (7)$$

где: $\Delta_{л'}$, $\Delta_л$ - значения характеристик погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики и соответствующие массовой концентрации формальдегида в пробе с добавкой и в рабочей пробе соответственно.

$\Delta_{л'} = 0{,}01\ \delta_{л'}\ \bar{X}'$ ($\bar{X}'$ - массовая концентрация формальдегида в пробе);

$\Delta_л = 0{,}01\ \delta_л\ \bar{X}'$ ($\bar{X}'$ - массовая концентрация формальдегида в пробе с добавкой). Значения $\delta_{л'}$ ($\delta_л$) установлены в лаборатории.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$K_к \leq K_д \quad (8)$$

При невыполнении условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

[2] Р 1.1.003-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Общие требования к построению, изложению и оформлению нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования

[3] РМГ60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[4] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник. Под общей редакцией проф., д.м.н. В.В. Уйба. Москва, 2011 г.

[5] ТУ 3-3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3

[6] ТУ 25-7713-89 Весы лабораторные электронные 4-го класса модели ВЛЭ 134

[7] ТУ 64-1-7850-76 Бани водяные лабораторные (212.988.001ТУ)

[8] ТУ У 25.2-14307481-046:2008 Штативы для пробирок П-10, П-20, П-40

[9] ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14. Технические условия

[10] ТУ У 33.14310460-107-2001 Штатив лабораторный ШЛ-02

[11] ТУ 9452-002-22213860-00 Дистиллятор ДЭ-40

[12] ТУ 6-09-05-1371-88 Хромотроповой кислоты динатриевая соль 1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль, х.ч.

ПРИЛОЖЕНИЕ

РАСЧЕТ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ И ХАРАКТЕРИСТИК ПОГРЕШНОСТИ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФОРМАЛЬДЕГИДА В РАСТВОРАХ.

1 Расчет аттестованного значения массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 1

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида рассчитывают по формуле:

$$a_1 = \frac{C \cdot V_1}{V_2}, \quad \text{мг/см}^3,$$

где: C - концентрация формальдегида в растворе ГСО, мг/см^3; C = 1 мг/см^3;

V_1 - объем раствора ГСО, взятого для приготовления рабочего раствора № 1, см^3;

V_1 = 0,5 см^3;

V_2 - объем приготовленного раствора № 1, см^3; V_2 = 50 см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 1 составляет 0,01 мг/см^3 или 10 мкг/см^3.

2 Расчет характеристики погрешности

Характеристику погрешности массовой концентрации формальдегида в растворе рассчитывают по процедуре приготовления (в соответствии с РМГ 60) по формуле:

$$\Delta_1 = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta C}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2}, \quad \text{мкг/см}^3,$$

где: ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема V_1 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3; ΔV_1 = 0,01 см^3;

ΔV_2 - характеристика погрешности установления объема V_2 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; ΔV_2 = 0,12 см^3;

ΔC - характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации формальдегида в ГСО, мг/см^3; ΔC = 1% или 0,01 мг/см^3.

Характеристика погрешности массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 1 составляет 0,23 мкг/см^3.

3 Расчет аттестованного значения массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 2

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида рассчитывают по формуле:

$$a_2 = \frac{a_1 V_3}{V_4}, \text{ мг/см}^3,$$

где: V_3 - объем аттестованного рабочего раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, см^3; V_3 = 10 см^3;

V_4 - объем приготовленного рабочего раствора № 2, см^3; V_4 = 100 см^3.

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 2 составляет 1 мкг/см^3.

4 Расчет характеристики погрешности

Характеристику погрешности массовой концентрации формальдегида в растворе рассчитывают по процедуре приготовления (в соответствии с РМГ 60) по формуле:

$$\Delta_2 = a_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta a_1}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где: ΔV_3 - характеристика погрешности установления объема V_3 (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см^3; ΔV_3 = 0,1 см^3;

ΔV_4 - характеристика погрешности установления объема V_4 (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см^3; ΔV_4 = 0,2 см^3;

Характеристика погрешности массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 2 составляет 0,025 мкг/см^3.

000883

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0167/01.00258/2012

Методика измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых,
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в лабораториях научно-исследовательских
область использования
организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России,

разработанная ФГУ "ФМБЦ им. А.И.Бурназяна" ФМБА России (123182, Москва,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
ул. Живописная, 46)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
"Методика измерений массовой концентрации формальдегида в питьевых природных

очищеных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом", год

утверждения 2012, на 26 стр.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе С.В.Медведевских

Зав. лабораторией О.Б. Пономарева

Дата выдачи 17.07.2012

Рекомендуемый срок пересмотра методики измерений: 17.07.2017

Приложение к свидетельству № 222.0 167/01.00258/2012 об аттестации методики выполнения измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 0.025 до 0.2 вкл..	6	11	8	23
св. 0.2 до 4.0 вкл.	4	8	6	17

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.025 до 0.2 вкл.	17	30
св. 0.2 до 4.0 вкл.	11	22

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности)

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Вед. инженер ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог
(сертификат RUM 02.33.00219-2) Белобородова Г.И.

Дата выдачи: 17.07.2012 г.

gost.e-ecolog.ru