МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А. Соловьянов
"31" марта 1997г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕИОНОГЕННЫХ ПАВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ФОСФОРНОВОЛЬФРАМОВОЙ КИСЛОТОЙ.

ПНД Ф 14.1:2.115—97

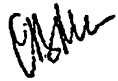
Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1997г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ.

Главный метролог Минприроды РФ  С. В. Маркин

Разработчик: ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России – ФГУ «ФЦАМ» (ранее ГУАК Минприроды РФ и ФГУ «ЦЭКА» МПР России).

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.038/2004 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).***

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает фотометрическую методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них синтетических поверхностно-активных веществ (неионогенных) при массовой концентрации от 1,0 до 25,0 мг/дм^3.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе сульфатов при их содержании > 200 мг/дм^3, белков, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу (п. 9.2.).

Фосфорновольфрамовая кислота, как и другие гетерополикислоты, осаждает соли многих органических оснований, в том числе алкалоидов. Поэтому мешающее действие оказывают все вещества, которые осаждаются в кислой среде фосфорновольфрамовой кислотой. В случае присутствия в воде таких веществ, следует использовать другой метод.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Определение основано на осаждении неионогенных ПАВ из раствора в виде комплексного соединения с фосфоровольфраматом бария. После отделения жидкости центрифугированием фотометрическим методом определяют вольфрам в осадке, пользуясь гидрохиноном в среде серной кислоты. Измерение проводят при длине волны λ =.500 нм.

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости). σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 1,0 до 25 вкл.	25	7	10

 @Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерений, оборудование и материалы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 500$ нм.

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 0,5 см.

Весы лабораторные 2 класса точности ВЛР-200, ГОСТ 24104.

ГСО с аттестованным содержанием неионогенных ПАВ.

Центрифуга лабораторная (2500 об/мин).

Баня водяная, ТУ 46-22-606.

3.2. Посуда

Пипетки 4(5)-2-1;
4(5)-2-2;
1-2-2-5;
1-2-2-10, **ГОСТ 29227**[@].

Колбы 2-50-2;
2-100-2;
2-50-2;
2-1000-2, ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-25;
1-100;
1-500, ГОСТ 1770.

Воронки В-25-38 ХС ГОСТ 25336.

Пробирки ПЗ-25 ХС, ГОСТ 25336 или

Пробирки П-1-20-0,2 ХС; или
П-1-25-0,2 ХС, ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-150 ТХС;
Н-1-50 ТХС, ГОСТ 25336.

3.3. Реактивы

Кислота серная, ГОСТ 4204.

Кислота соляная, ГОСТ 3118.

Барий хлористый, 2-водный, ГОСТ 4108.

Барий гидроокись, 8-водный, ГОСТ 4107.

Фосфорновольфрамовая кислота, ТУ 6-09-4576-78.

Гидрохинон, ГОСТ 19627.

Цинк сернокислый, 7-водный ГОСТ 4174.

Полиэтиленгликоль-1000 или препарат того неионогенного ПАВ, который содержится в пробе.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

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

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического и спектрофометрического анализов, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;
атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм.рт.ст);
относительная влажность (80±5) %;
напряжение сети (220±10) В;
частота переменного тока (50 ±1) Гц.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями **ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб"**[@].

7.1. Бутыли для отбора и хранения проб воды промывают водопроводной водой, обрабатывают раствором любой кислоты (1:1), кроме серной, тщательно промывают водопроводной, затем 3-4 раза дистиллированной водой.

7.2. Если на поверхности водоема наблюдается пена, то при отборе пробы следует не допускать, чтобы она попала в пробу.

7.3. Пробы воды (объем не менее 500 $см^3$) отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой.

7.4. НПАВ - неустойчивый компонент и определение их следует проводить вскоре после отбора пробы. Если это невозможно, пробу консервируют прибавлением 2-4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ исследуемой воды и хранят при температуре 3-5°С 2-3 суток.

7.5. Проба воды не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в тару, обеспечивающую сохранность и предохраняющую от резких перепадов температуры.

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

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер пробы;

должность, фамилия отбирающего пробу,

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора к работе

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

8.2. Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1. Соляная кислота, разбавленный раствор (1:1)

Смешивают равные объемы соляной кислоты и дистиллированной воды, осторожно приливая кислоту в воду.

8.2.2. Хлорид бария, водный раствор

Растворяют 10 г $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ в 100 $см^3$ свежепрокипяченной дистиллированной воды.

8.2.3. Фосфорновольфрамовая кислота, водный раствор

Растворяют 2 г фосфорновольфрамовой кислоты в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.4. Раствор гидрохинона в серной кислоте

Растворяют 5 г гидрохинона в 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Реактив пригоден в течение суток с момента приготовления.

8.2.5. Сульфат цинка, 5%-ный водный раствор

Растворяют 5 г сернокислого цинка ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) в 95 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.6. Приготовление градуировочных растворов НПАВ

8.2.6.1. Приготовление основного градуировочного раствора НПАВ (1)

На аналитических весах взвешивают 0,10 г неионогенного ПАВ, имеющего среднюю молекулярную массу 1000, растворяют в дистиллированной воде и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор применяют свежеприготовленным; 1 см^3 должен содержать 0,100 мг вещества.

8.2.6.2. Приготовление рабочего градуировочного раствора НПАВ (2)

Разбавляют 100 см^3 основного раствора (1) дистиллированной водой до 1 дм^3. Применяют всегда свежеприготовленный раствор; 1 см^3 должен содержать 0,010 мг вещества.

8.2.6.3. Приготовление основного градуировочного раствора неионогенных ПАВ из ГСО

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. 1 см^3 раствора должен содержать 0,100 мг вещества.

8.2.6.4. Приготовление рабочего градуировочного раствора из основного градуировочного раствора неионогенных ПАВ

Разбавляют 100 см^3 основного раствора (по п.8.2.6.3) дистиллированной водой до 1 дм^3. Применяют всегда свежеприготовленный раствор, 1 см^3 должен содержать 0,010 мг вещества.

8.2.7. Гидроксид бария, 5%-ный водный раствор

Растворяют 5 г гидроокиси бария ($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$) в 95 см^3 дистиллированной воды.

8.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы для градуировки определяемых компонентов с концентрациями 1,0 – 25,0 мг/дм^3. Условия анализа, его проведение должны соответствовать описанным в пунктах 6 и 10.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочного графика приведены в таблице 2. Погрешность, обусловленная процедурой приготовления, для образцов для градуировки не превышает 2,5 %.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки

N п/п	Массовая концентрация НПАВ в градуировочных растворах, мг/дм^3	Объем рабочего раствора, см^3		Объем дистиллированной воды, см^3
		Рабочий р-р. (2) с конц. 0,01 мг/см^3	Основной р-р (1) с конц. 0,10 мг/см^3	
1	0,00	0,00		10,00
2	1,00	1,00		9,00
3	2,00	2,00		8,00
4	3,00	3,00		7,00
5	5,00	5,00		5,00
6	10,00		1,00	9,00
7	15,00		1,50	8,50
8	25,00		2,50	7,50

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм^3.

8.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене партий реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

$$\left| X - C \right| \le 1{,}96\sigma_{R_л},$$

где X – результат контрольного измерений массовой концентрации неионогенных ПАВ в образце для градуировки;

С – аттестованное значение массовой концентрации неионогенных ПАВ в образце для градуировки;

$\sigma_{R_д}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_д} = 0{,}84\,\sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1. Определению мешают сульфаты при их содержании в пробе свыше 200 мг/дм^3. В этом случае пробу перед анализом разбавляют.

9.2. Белки, мешающие определению, устраняются осаждением с гидрооксидом цинка. Так как осадок уносит с собой часть ПАВ, то применяют метод стандартной добавки (п.10.2).

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Анализ проб с низким содержанием белков

В центрифужную пробирку вместимостью 20-25см^3 помещают 10 см^3 первоначально разбавленной или полученной упариванием концентрированной пробы, которая содержит 0,01 – 0,25 мг ПАВ, прибавляют 2 капли концентрированной соляной кислоты, 1 см^3 раствора хлорида бария (п.8.2.2) и 1 см^3 раствора фосфорновольфрамовой кислоты (п.8.2.3).

Перемешивают и нагревают 10-15 мин на водяной бане. Стенки пробирки ополаскивают дистиллированной водой, чтобы перенести прилипшие к ним частицы осадка в раствор. Центрифугируют в течение 15-20 мин со скоростью 2500 об/мин. Жидкость над осадком отсасывают пипеткой с оттянутым тонким капилляром (пипетку можно присоединить к вакуум-насосу). Затем к осадку прибавляют 2 $см^3$ горячей дистиллированной воды, размешивают и опять центрифугируют, снова отсасывают жидкость и повторяют процедуру ещё раз.

Промытый осадок растворяют на холоду в 2-3 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Растворение ускоряется при умеренном встряхивании пробирки или перемешивании стеклянной палочкой. После полного растворения осадка прибавляют 1 $см^3$ раствора гидрохинона (п.8.2.4), перемешивают, доливают концентрированную серную кислоту до 10 $см^3$ и опять перемешивают. Переносят раствор в сухую кювету для фотометрирования с толщиной слоя 0,5 см и через 15 мин измеряют оптическую плотность при λ = 500 нм относительно холостого раствора. Содержание неионогенных ПАВ находят по градуировочному графику.

10.2. Анализ проб с высоким содержанием белков

В два химических стакана вместимостью 150 $см^3$ помещают по 100 $см^3$ анализируемой пробы, содержащей 0,1–1,5 мг неионогенных ПАВ. В первый стакан добавляют 10 $см^3$ основного (1) раствора ПАВ (что соответствует 1 мг). Во второй стакан прибавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды. В оба стакана прибавляют по 5 $см^3$ раствора сульфата цинка (п.8.2.5), перемешивают и осаждают гидроокись цинка, прибавляя раствор гидроксида бария (п.8.2.7).

В каждый стакан прибавляют одинаковое количество гидроксида бария и дают постоять, пока на дне стаканов не соберутся осадки. После осветления из обоих стаканов отбирают по 10 $см^3$ раствора, переносят в центрифужные пробирки и определяют неионогенные ПАВ, как описано в п.10.1.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание неионогенных ПАВ (X) (мг/дм^3) в расчете на вещество, принятое за стандартное, вычисляют по формулам

для пункта 10.1:

$$X = \frac{C \times 10}{V},$$

где C - концентрация неионогенного ПАВ, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

10 - объём раствора, взятого для определения, см^3;

V - объём первоначальной пробы, взятой для анализа, см^3.

для пункта 10.2:

$$X = \frac{mD_1 \times 1000}{(D_2 - D_1) \times V'},$$

где m - стандартная добавка ПАВ, мг;

D_1 - оптическая плотность пробы без добавки стандартного вещества;

D_2 - оптическая плотность пробы с добавкой стандартного вещества:

V - объём первоначальной пробы, см^3.

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

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости, значение которого приведено в таблице 3.

Таблица 3

Значение предела повторяемости при Р=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 1,0 до 25 вкл.	20

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 4.

Таблица 4

Значение предела воспроизводимости при вероятности Р=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 1,0 до 25 вкл.	28

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

12.1. Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, Р=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где X – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

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

12.2. В том случае, если массовая концентрация неионогенных ПАВ в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы их массовая концентрация соответствовала регламентированному диапазону.

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta'$, P=0,95,

где $\pm \Delta'$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

12.3. Если массовая концентрация неионогенных ПАВ в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование упариванием.

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta''$, P=0,95,

где Δ'' - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину концентрирования пробы.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации неионогенных ПАВ в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации неионогенных ПАВ в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$К = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}},$$

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации неионогенных ПАВ в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | C_{ср} - C |$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации неионогенных ПАВ в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq К \qquad (3)$$

При невыполнении условия (3) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224
Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: panova@uniim.ru

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia
Fax: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.038 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с фосфорновольфрамовой кислотой,*

разработанная *ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г. Москва),*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*

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

1.Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 1.0 до 25 вкл.	25	7	10

2.Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при 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 1.0 до 25 вкл.	20	28

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 оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004 г.

gost.e-ecolog.ru

Зам. директора по научной работе