ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



В.И.Пуканов
2012 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТРИЛОНА Б В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.153-99

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1999 г.
(Издание 2012 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику:

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н. В.С. Талисманов

Регистрационный код МВИ в Федеральном реестре: ФР.1.31.2013.13904

Разработчик:

Аналитический центр ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. [illegible] стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22
Телефон/факс: (495) 439-52-13
Электронный адрес: gost.e-ecolog.ru
Адрес сайта: gost.e-ecolog.ru

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику количественного химического анализа различных типов вод с целью измерения массовой концентрации трилона Б (этилендиаминтетрауксусной кислоты динатриевой соли) титриметрическим методом. Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые, в том числе расфасованные в емкости; воды природные, в том числе поверхностных и подземных источников водоснабжения; воды сточные производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные. Методика может быть использована для анализа проб снежного покрова, талых вод и технических вод.

Диапазон измерений массовых концентраций трилона Б составляет от 0,5 до 100 мг/дм^3. При концентрации трилона Б более 25 мг/дм^3 необходимо разбавление пробы.

Определению не мешают свинец, марганец, никель, кобальт, медь, цинк, кадмий, алюминий, щелочноземельные металлы и лантаноиды.

Определению не мешают хлориды в концентрации до 500 мг/дм^3.

Мешающее влияние железа (III) устраняют в ходе выполнения анализа. При содержании в пробе железа (III) менее 4 мг/дм^3 его переводят в двухвалентную форму по 11.1. При содержании железа (III) более 4 мг/дм^3 его переводят в нерастворимый гидроксид железа, который затем отделяют фильтрованием по 11.2.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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

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

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

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

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4110-75 Реактивы. Висмут (III) азотнокислый 5-водный. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

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

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

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

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

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

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

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

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

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

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

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1. Приписанные погрешности измерений не превышают нормы погрешностей, установленные ГОСТ 27384.

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,5 до 1 вкл.	10	12	25
св. 1 до 3,5 вкл.	8	10	20
св. 3,5 до 25 вкл.	4	6	13
св. 25 до 100 вкл.	3	3	7
Примечание – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2			

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на обратном титровании пробы после добавления избытка ионов висмута раствором трилона Б в присутствии индикатора пирокатехинового фиолетового.

В воде трилон Б может находиться как в свободном виде, так и в виде комплексных соединений, в основном, с ионами кальция и магния. В кислой среде (при значении pH=1 – 2) комплексонаты кальция и магния малоустойчивы, а ионы висмута образуют очень прочное комплексное соединение как со свободным, так и со связанным трилоном Б, при этом кальций и магний вытесняются висмутом из комплексонатов.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

5.1.1 Весы лабораторные с максимальной нагрузкой 210 г высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Воронки стеклянные диаметром 5 см по ГОСТ 19908.

5.1.3 Бюретка вместимостью 10 или 25 см^3 по ГОСТ 29251, класс точности 2.

Примечание – Допускается использовать цифровые титраторы, например, фирмы BRAND и др.

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

5.1.5 Капельница вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.1.6 Колбы конические вместимостью 100; 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.1.7 Колбы мерные вместимостью 100; 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.1.8 Плитка электрическая с регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

5.1.9 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 20 $см^3$ по ГОСТ 29227, класс точности 2.

5.1.10 Пипетки с одной меткой вместимостью 20 $см^3$ по ГОСТ 29169, класс точности 2.

5.1.11 Стаканы химические вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.1.12 Флаконы из темного стекла вместимостью 500 $см^3$.

5.1.13 Цилиндры мерные вместимостью 100 и 200 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.1.14 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре от 2 °С до 10 °С .

5.1.15 Шпатель.

Примечание – Для дозирования раствора азотной кислоты допускается использовать дозаторы лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объёмом дозирования по ГОСТ 28311.

Допускается использование средств измерения, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Аммиак водный, ч.д.а. по ГОСТ 3760.

5.2.2 Аскорбиновая кислота, фармакопейная по ГФ X.

5.2.3 Бумага индикаторная универсальная, позволяющая измерять pH в диапазоне от 1 до 12 ед. pH с шагом 1 ед. pH по ТУ 2642-008-11764404 или по ТУ 6-09-1181.

5.2.4 Висмут азотнокислый, 5-водный (висмута (III) нитрат), ч.д.а. по ГОСТ 4110.

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

5.2.6 Индикатор пирокатехиновый фиолетовый, ч.д.а. по ТУ 6-09-07-1087.

5.2.7 Кислота азотная, ч.д.а. по ГОСТ 4461.

5.2.8 Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 18300.

5.2.9 Трилон Б (этилендиамин-N,N,N,N-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная), х.ч. по ГОСТ 10652 или стандарт-титр с концентрацией 0,05 моль/дм^3 (0,1 н) по ТУ 6-09-2540.

5.2.10 Фильтры обеззоленные "синяя лента" диаметром 15 см по ТУ 6-09-1678.

Допускается использование реактивов более высокой квалификации, а также материалов с аналогичными или лучшими характеристиками.

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

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

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

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

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика, техника-химика или лаборанта-химика и опыт работы в химической лаборатории.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

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

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593 в стеклянные или пластиковые флаконы. Пробы снега в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 переводят в талую воду при температуре окружающей среды. Объём отбираемой пробы должен быть не менее 0,2 дм^3.

9.2 Отобранную пробу не консервируют. Срок хранения – 7 суток при температуре окружающей среды.

9.3 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

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

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приготовление растворов

10.1.1 Раствор азотной кислоты (1:1)

Для приготовления раствора осторожно при перемешивании к 1 объёму дистиллированной воды прибавляют 1 объём концентрированной азотной кислоты. Раствор хранят во флаконе из темного стекла не более 3 месяцев при температуре окружающей среды в вытяжном шкафу.

10.1.2 Раствор аммиака массовой доли 2%

В конической колбе вместимостью 100 $см^3$ смешивают 8 $см^3$ 25 % раствора аммиака и 92 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре окружающей среды.

10.1.3 Раствор индикатора пирокатехинового фиолетового

В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают (0,10 ± 0,01) г индикатора и растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора – 6 месяцев при температуре окружающей среды.

10.1.4 Основной раствор нитрата висмута молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$

(12,1275 ± 0,0005) г нитрата висмута растворяют в 100 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1), переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объём раствора до метки, добавляя дистиллированную воду маленькими порциями и постоянно перемешивая, чтобы не образовывался осадок. В случае, если осадок все-таки образуется, добавляют раствор азотной кислоты (1:1) до полного растворения осадка. Срок хранения раствора – 3 месяца при температуре окружающей среды.

10.1.5 Рабочий раствор нитрата висмута молярной концентрации 0,001 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 20 $см^3$ основного раствора нитрата висмута и доводят объём раствора дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре окружающей среды.

10.1.6 Основной раствор трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

Содержимое ампулы стандарт-титра или навеску (18,6120 ± 0,0005) г трилона Б растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Объём раствора доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – 6 месяцев при температуре окружающей среды.

10.1.7 Рабочий раствор трилона Б молярной концентрации 0,001 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 20 см^3 основного раствора трилона Б и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – 6 месяцев при температуре окружающей среды.

10.2 Установка поправочного коэффициента к титру раствора нитрата висмута

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 100 см^3 дистиллированной воды и 0,5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), добавляют с помощью капельницы 5-6 капель раствора индикатора пирокатехинового фиолетового, 10 см^3 рабочего раствора нитрата висмута 0,001 моль/дм^3. Затем титруют рабочим раствором трилона Б 0,001 моль/дм^3 до перехода синей окраски в желтую.

За результат титрования принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных титрований, расхождение между которыми не превышает 0,05 см^3.

Поправочный коэффициент (К) для приведения концентрации раствора нитрата висмута точно к 0,001 моль/дм^3 рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака

$$К = \frac{V_т}{V_в},$$

где $V_в$ – объём раствора нитрата висмута, взятого для определения поправочного коэффициента (10), см^3;

$V_т$ – объём раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см^3.

Если поправочный коэффициент (К) раствора отличается от 1,00 больше чем на ± 0,05, то раствор укрепляют, разбавляют или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют раствор нитрата висмута с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3. После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново.

Проверку поправочного коэффициента к титру осуществляют не реже двух раз в месяц.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При анализе сточных и природных вод пробу воды фильтруют через фильтр «синяя лента». При анализе питьевых вод пробу воды фильтруют только в том случае, если при визуальном наблюдении обнаруживаются взвешенные вещества.

При концентрации трилона Б в пробе более 25 мг/дм^3 на анализ берут меньший объём пробы или фильтрата и доводят его до 100 см^3 дистиллированной водой.

11.1 Выполнение анализа при содержании в пробе железа (III) менее 4 мг/дм^3

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 к 100 см^3 пробы или фильтрата прибавляют 0,5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), вносят шпателем приблизительно 0,1 г аскорбиновой кислоты и дают постоять при температуре окружающей среды 10 минут. Добавляют 5 – 6 капель раствора индикатора пирокатехинового фиолетового. Из бюретки приливают рабочий раствор висмута 0,001 моль/дм^3 до перехода окраски из желтой в синюю. Величину объёма нитрата висмута добавленного к пробе записывают в журнал. Затем пробу титруют раствором трилона Б 0,001 моль/дм^3 до перехода синей окраски в желтую.

Примечание – Если после добавления всех реактивов цвет раствора имеет красноватый оттенок, то для получения чистого синего цвета к пробе добавляют по каплям 2% раствор аммиака. Если окраска пробы не изменилась даже после прибавления 10 см^3 рабочего раствора нитрата висмута, то пробу разбавляют и повторяют анализ.

11.2 Выполнение анализа при содержании в пробе железа (III) более 4 мг/дм^3

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 к 100 см^3 пробы или фильтрата прибавляют раствор азотной кислоты (1:1) до значения pH=1 – 2, контролируя значение pH с помощью индикаторной бумаги. Пробу помещают на электрическую плитку и нагревают до кипения, снимают с плитки и охлаждают до температуры окружающей среды. Приливают по каплям 2 % раствор аммиака до появления слабого аммиачного запаха и оставляют на 10 минут. Выпавший осадок гидроксида железа отфильтровывают, промывают осадок на фильтре небольшим количеством горячей дистиллированной воды, присоединяя промывные воды к фильтрату. Затем доводят значение pH раствора до 8 – 9 ед. pH раствором азотной кислоты (1:1), контролируя значение pH с помощью индикаторной бумаги. Добавляют еще 0,5 см^3 раствора азотной кислоты (1:1), 5 – 6 капель раствора индикатора пирокатехинового фиолетового и рабочий раствор висмута 0,001 моль/дм^3 до изменения окраски, так же как в 11.1. Если окраска пробы не изменилась даже после прибавления 10 см^3 рабочего раствора нитрата висмута, то следует разбавить пробу и

повторить анализ. Цвет раствора перед титрованием должен быть чисто синим. Если после добавления всех реактивов цвет раствора имеет красноватый оттенок, необходимо добавить по каплям 2 % раствор аммиака до получения чистого синего цвета. Затем пробу титруют раствором трилона Б 0,001 моль/дм^3 до перехода синей окраски в желтую.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию трилона Б (X, мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 \cdot K - V_2) \cdot A \cdot 1000 \cdot K_p}{V},$$

где V_1 – объём, прибавленного к пробе рабочего раствора нитрата висмута с концентрацией 0,001 моль/дм^3, см^3;

V_2 – объём рабочего раствора трилона Б, израсходованного на обратное титрование, см^3;

K – поправочный коэффициент для приведения концентрации рабочего раствора нитрата висмута к точно 0,001 моль/дм^3;

A – количество трилона Б (мг), соответствующее 1 см^3 рабочего раствора трилона Б с концентрацией 0,001 моль/дм^3 в пересчете на дигидрат равное 0,3722;

V – объём анализируемой пробы воды (100), см^3;

K_P – коэффициент разбавления пробы.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

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

где $\Delta = 0,01 \cdot X \cdot \delta$,

δ – значение показателя точности, % (см. табл. 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

- при содержании от 0,5 до 10 мг/дм^3 — 0,01 мг/дм^3
- при содержании от 10 до 100 мг/дм^3 — 0,1 мг/дм^3

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r$$

Значения пределов повторяемости (r) приведены в таблице 2.

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

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R$$

Значения пределов воспроизводимости (R) приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, %
от 0,5 до 1 вкл.	28	34
св. 1 до 3,5 вкл.	22	28
св. 3,5 до 25 вкл.	11	17
св. 25 до 100 вкл.	8	8

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 Контроль точности результатов измерений при регулярном применении методики в лаборатории предусматривает:

– Контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725 (часть 6). Образец для контроля с аттестованным значением массовой концентрации Трилона Б готовят с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты и дистиллированной воды. Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

– Оперативный контроль точности результатов измерений рекомендуется проводить с каждой серией проб, если анализ по методике выполняется эпизодически, а также при возникновении необходимости подтверждения результатов измерений отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений, результата, превышающего ПДК и т.п.).

15.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля

В качестве образцов для контроля используют специально приготовленные растворы в дистиллированной воде с использованием ГСО состава водного раствора трилона Б или вещества гарантированной чистоты.

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$К_к = |X - C|,$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля;

С – аттестованное значение Трилона Б в образце для контроля.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле

$$К = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ – характеристика погрешности аттестованного значения определяемого компонента в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики

Примечание – На первом этапе проведения контроля после внедрения методики допускается считать $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, где Δ – приписанная характеристика погрешности методики, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot C \cdot \delta$$

Значения δ приведены в таблице 1.

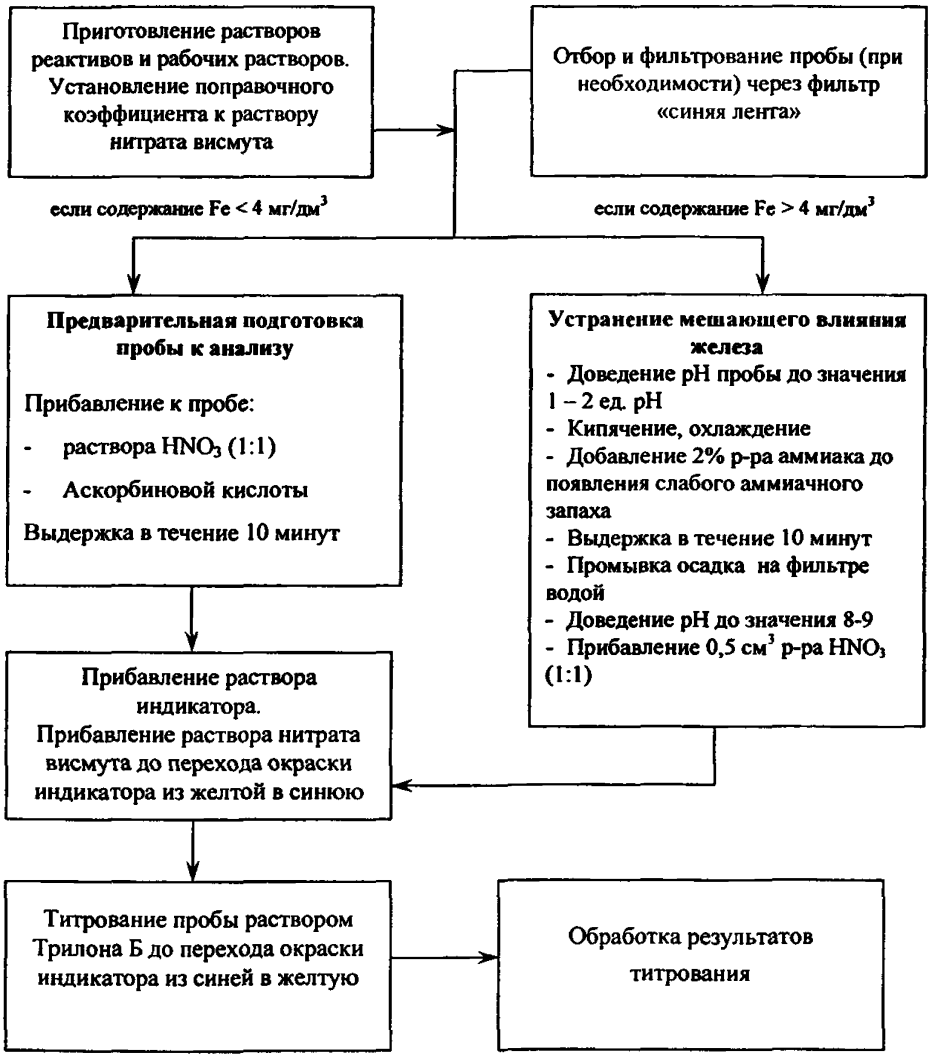
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$К_к \le К$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 015/01.00301-2010/2012 об аттестации методики измерений массовой концентрации трилона Б в питьевых, природных и сточных водах титриметрическим методом на 1 листе

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), ± δ, %
От 0,5 до 1 вкл.	10	12	25
Св. 1 до 3,5 вкл.	8	10	20
Св. 3,5 до 25 вкл.	4	6	13
Св. 25 до 100 вкл.	3	3	7
Примечание – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2			

Таблица 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, %
От 0,5 до 1 вкл.	28	34
Св. 1 до 3,5 вкл.	22	28
Св. 3,5 до 25 вкл.	11	17
Св. 25 до 100 вкл.	8	8

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»
Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389, дата выдачи: 24.11.2009 г.) Т.Н. Попова

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 015/01.00301-2010/2012

Методика измерений массовой концентрации трилона Б в питьевых, природных и сточных водах титриметрическим методом,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава питьевых, природных и сточных вод,

разработанная Аналитическим центром ЗАО «РОСА» 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.153-99 «Методика измерений массовой концентрации трилона Б в питьевых, природных и сточных водах титриметрическим методом, 2012 г., на 12 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с **Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.**

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

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» **В.И. Нуканов**

Дата выдачи: 30.10.20

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А, тел./факс: (495) 781-64-95, www.fcao.ru

НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 646-8088, 608-7617, г. Москва, 2009 год

gost.e-ecolog.ru