МИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.10.804–2013

МАССОВАЯ ДОЛЯ АНИОННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРОБАХ МОРСКИХ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометриив режиме электротермической атомизации

Москва
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н. Зубова» (ФГБУ «ГОИН»)

2 РАЗРАБОТЧИК И.С. Матвеева, канд.хим.наук

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА Росгидромета 27.12.2013 г., ФГБУ «НПО «Тайфун» 25.12.2013 г.

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 30.12.2013 г.

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «НПО «Тайфун». Свидетельство об аттестации№ 18.24.804/01.00305-2011/2013 выдано 25.07.2013 г.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» 17.02.2014 г. за номером РД 52.10.804–2013

7 ВЗАМЕН РД 52.10.556-95 «Методические указания. Определение загрязняющих веществ в пробах морских донных отложений и взвеси» в части раздела 6 «Синтетические поверхностно-активные вещества», регламентирующего определение анионных СПАВ в пробах морских донных отложений (с. 10–18)

Содержание

1 Область применения 0
2 Нормативные ссылки 1
3Требования к показателям точности измерений.....3
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам 3
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 6
7Требования к квалификации оператора 6
8 Требования к условиям измерений 7
9 Требования к отбору и хранению проб 7
10 Подготовка к выполнению измерений 7
11 Установление градуировочной характеристики 10
12 Разложение проб 11
13 Порядок выполнения измерений.....12
14Проверка приемлемости результатов параллельных измерений 13
15 Вычисление результатов измерений.....14
16 Оформление результатов измерений.....14
17 Контроль качества результатов измерений.....15
Приложение А (рекомендуемое) Форма рабочего журнала регистрации результатов измерений массовой доли СПАВ 17
Приложение Б (рекомендуемое) Форма рабочего журнала регистрации результатоа контроля погрешности с использованием метода добавок.....18
Библиография.....19

Введение

Синтетические поверхностно-активные вещества (СПАВ) входят в состав всех хозяйственно-бытовых и большинства промышленных сточных вод. Характеризуются низкой биологической разлагаемостью и в силу своей химической природы оказывают существенное отрицательное воздействие на водные объекты. Устойчивость СПАВ к биохимическому окислению является причиной накопления их в водных объектах, особенно в донных отложениях, что, в свою очередь, приводит к снижению самоочищающей способности природных вод и создаёт опасность вторичного загрязнения водоёмов и водотоков.

Из анионных СПАВ наиболее распространены соли сернокислых эфиров (сульфаты) и соли сульфокислот (сульфонаты). Радикал R может быть алкильным, алкиларильным, алкилнафтильным, иметь двойные связи и функциональные группы.

По биохимической устойчивости, определяемой структурой молекул, СПАВ делят на мягкие, промежуточные, жесткие с различными константами скорости биохимического окисления. К числу наиболее легко окисляющихся СПАВ относятся первичные и вторичные алкилсульфаты нормального строения. С увеличением разветвления цепи скорость окисления понижается, и наиболее трудно разрушаются алкилбензол-сульфонаты, приготовленные на основе тетрамеров пропилена.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ ДОЛЯ АНИОННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРОБАХ МОРСКИХ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме электротермической атомизации

Дата введения –2014-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее методика) массовой долианионных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в пробах морских донных отложений (далее пробы) в диапазоне от 1 до 50 мкг/гметодом атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме электротермической атомизации.

1.2 Настоящийруководящий документ предназначен для использования в лабораториях, выполняющих измерения в области мониторинга загрязнения окружающей среды.

2 Нормативные ссылки

В настоящемруководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

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

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

ГОСТ 17.1.5.01–80 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность

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

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

РМГ 61–2010Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 76–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

РМГ 60–2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

Примечания

1 При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

2 Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) документом.

3. Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделе 4.

3Требования к показателям точности измерений

Показатели точности и ее составляющих установлены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725–(1–6) и РМГ 61.

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измеренийв диапазонеот1 до 50 мкг/гс вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли анионных СПАВ X, мкг/г	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/г	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/г	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) ± Δ, мкг/г
От 1 до 50 включ.	0,09·X + 0,80	0,18·X + 1,50	0,36·X + 2,90

4Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, устройства, материалы:

- атомно-абсорбционный спектрометр с электротермической атомизацией и Зеемановским корректором фона (например, Agilent AA-280Z) со спектральной лампой с полым катодом для определения меди;

- государственный стандартный образец состава раствора ионов меди с массовой концентрацией ионов меди 1,00 мг/см^3 ГСО 7998– 93;

- государственный стандартный образец состава раствора додецилсульфата натрия с массовой концентрацией 10 мг/см^{3}ГСО 7348–96;

- весы лабораторные среднего класса точности, с пределом взвешивания 200 гпо ГОСТР 53228–2008;

- аквадистиллятор ДЭ-4-2 по ТУ–16–10721–79;

- комбинированная мембранная установка серии ДВС-М/1НА(18)-N для получения деионизированной воды с удельным сопротивлением не более 18 МОм/см по ТУ 4859–001–46824383–97;

- мешалка магнитная с подогревом ММ-5 по ТУ 25-11.834–80;

- колбы исполнения 2, вместимостью 50, 100, 250 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770–74;

- пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1,2 вместимостью 1,0; 2,0, 5,0 и 10 см^3 по ГОСТ 29227–91;

- одноканальные пипетки переменного объема вместимостью от 0,1 до 1,0 см^3 с погрешностью дозирования не более 2% фирмы Эппендорф;

-стаканчики для взвешивания скрышкамиСВ-19/9по ГОСТ 25336–82;

- стаканы В-1 ТХС вместимостью 150 и 250 см^3 по ГОСТ 25336–82;

- пробирки полипропиленовые градуированные с навинчивающимися крышками вместимостью 5 или 10 см^3;

- склянки и банки стеклянные с винтовым горлом, с прокладкой и крышкой или с притертой пробкой для хранения проб донных отложений вместимостью от 50 до 250 см^{3}по ТУ 6–19–6–70;

-воронки делительныеВД исполнения 1, Звместимостью 25и 500 см^3 с притертыми пробкамипо ГОСТ 25336–82;

- воронки В-36-80 ХС по ГОСТ 25336–82;

- фильтры обеззоленные по ТУ 6–09–1678–86;

- ступка № 4 с наибольшим наружным диаметром 110 мм и пестик по ГОСТ 9147–80;

- сито капроновое с пластмассовым корпусом с размером ячейки (1±0,1) мм;

- москитная сетка капроновая с размером ячейки от 1 до 1,5 мм;

- алюминиевая фольга по ТУ–1811–005–53974937–2004;

- вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556–81.

Примечание – Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, имеющих метрологические характеристики лучше или аналогичные указанным в 4.1.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы:

- кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125–84;

- медь(II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165–78, х.ч.;

- этилендиамин по ТУ 6–09–10–645–77;

- хлороформ по ТУ 2631–066–44493179–01;

- аммоний сернокислый по ГОСТ 3769–78, х.ч.;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;

- вода деионизированная с удельным сопротивлением не более 18 МОм/см.

Примечание – Допускается использование другихреактивов, в том числе импортных, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Метод основан на образовании комплексного соединения анионных СПАВ с бис(этилендиаминатом) меди, экстракции его хлороформом с последую-щей реэкстракцией меди в раствор азотной кислоты (аналитический раствор). Массовуюдолюанионных СПАВ в аналитическом растворе измеряют по величине абсорбции меди в режиме электротермической атомизации. Методика предусматривает следующие этапы:

- извлечение анионных СПАВ из проб горячей водой;

- образование комплексного соединения с бис(этилендиаминатом) меди;

-экстракция комплексного соединения хлороформом с последующей реэкстракцией меди раствором азотной кислоты;

- измерение величины абсорбции меди, входящей в состав комплекса;

- расчет массовой доли анионных СПАВ в пробе.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений следует соблюдать требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007 и правилами[1].

6.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009.

6.3 Безопасность при работе с электроустановками должна обеспечиваться согласно ГОСТ Р 12.1.019.

6.4 Отработанныйхлороформ необходимо сливать в отдельные склянки для передачи в организации, занимающихся утилизацией химических веществ[2]. Отработанные растворы кислот сливают в канализацию после многократного разбавления водопроводной водой или нейтрализации содой.

7Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с профессиональным образованием, прошедшие соответствующую стажировку по эксплуатации атомно-абсорбционного спектрометра, со стажем работы в лаборатории не менее 6 мес.

8Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха .....(20 ± 5) °С;
- атмосферное давление .....от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха....от 30 %до 80 %;
- напряжение питающей сети переменного тока .....(220 ± 20) В;.
- частота питающей сети .....(50 ± 1) Гц.

9 Требования к отбору и хранению проб

Место отбора, период отбора, консервацию и хранение проб следует проводить в соответствии с ГОСТ 17.1.5.01.Не обрабатываемые сразу пробы хранят в алюминиевой фольге в морозильной камере холодильникапри температуре минус 20°С. Перед анализом пробу вымораживают или высушивают на воздухе до воздушно-сухого состояния, тщательно перемешивают, отбирают навеску массой от 30 до50 г, растирают ее в ступке и просеивают через сито.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Подготовка посуды для отбора и хранения проб и рабочих растворов

10.1.1 Для работы и хранения проб должна использоваться посуда из стекла.

10.1.2 Посуду следует готовить следующим образом:

- тщательно вымыть водопроводной водой с моющими средствами;
- обработать хромовой смесью;
- тщательно промыть дистиллированной водой 3-4 раза;

- высушить;

- ополоснуть хлороформом (контроль промывок на отсутствие меди– на спектрометре).

10.2 Приготовление растворов и реактивов

10.2.1 Хромовая смесь

Растворяют 10 г калия двухромовокислого в 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты при слабом нагревании. Препарат используют для чистки посуды.

10.2.2 Раствор сернокислой бис(этилендиамин)меди

Растворяют 62,8 г сернокислой меди 5-водной, 49,6 г сернокислого аммония и 45,1 г этилендиамина в деионизированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Доводят объем раствора до метки деионизированной водой. Реактив можно хранить в холодильнике в течение 6 мес.

10.2.3 Раствор азотной кислоты 0,1 N

Раствор готовят путем разбавления 6,7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты до 1000 $см^3$деионизированной водой.

10.2.4 Приготовление модификатора матрицы

Раствор палладия азотнокислого 0,2%-го готовят в 2 приема:

а) для приготовления 1%-го раствора, устойчивого к длительному хранению в холодильнике, 1 г палладия азотнокислого растворяют в

небольшом количестве царской водки при нагревании на плитке, после чего доводят объем до 100 $см^3$деионизированной водой;

б)для приготовления 0,2%-го раствора полученный раствор разбавляют в 5 раз деионизированной водой. Раствор следует хранить при температуре 4°С не более 6 мес.

10.3 Приготовление градуировочных растворов

10.3.1 Для приготовления промежуточного стандартного раствора отбирают с помощью пипетки Эппендорфа 0,1 $см^3$основного стандартного раствора (ГСОраствора додецилсульфата натрия), переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$и растворяют в деионизированной воде, доводя объем до метки. Массовая концентрация СПАВ в растворе составляет 20 мкг/$см^3$. Раствор готовят в день его использования.

10.3.2 Рабочие градуировочные растворы готовят в соответствии с таблицей 2. Для получения градуировочного раствора заданной массовой концентрации необходимый объем аликвоты промежуточного рабочего раствора помещают с помощью дозаторав колбу на 250 $см^3$ и доводят объем до метки деионизированной водой.

Градуировочные растворы каждой концентрации готовят параллельно 2 раза.

Таблица 2

Массовая концентрация СПАВ в промежуточном рабочем растворе, мкг/$см^3$	Объем колбы, $см^3$	Объем аликвоты промежуточного рабочего раствора, $см^3$	Массовая концентрация СПАВ в градуировочном растворе, мкг/$дм^3$
20	250	0,25	20
20	250	0,5	40
20	250	1,0	80
20	250	2,0	160
20	250	3,0	240

10.4 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра

Включение, настройку спектрометра, юстировку ламп и графитового атомизатора производят согласно руководству по эксплуатации. Условия измерений приведены в таблице 3.

Таблица 3

Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Модификатор матрицы	Температура озоления,°С	Температура атомизации,°С
324,8	0,5	$Pd(NO_3)_2$	1100	2400

11Установление градуировочной характеристики

11.1 Установление градуировочной характеристики следует проводить перед каждой серией измерений массовой концентрации анионных СПАВ в пробе.

11.2 Каждый градуировочный раствор переносят последовательно в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора сульфата бис(этилендиамина) меди и после перемешивания экстрагируют 10 $см^3$ хлороформа в течение 2 мин. После полного разделения слоев (через 10 мин) хлороформенный экстракт сливают в бюкс через коническую воронку с комочком ваты, смоченной в хлороформе, тщательно отделяя его от верхнего водного слоя. Отбирают градуированной пипеткой 8 $см^3$ экстракта, переносят в делительную воронку вместимостью 25 $см^3$, добавляют 5 $см^3$0,1 N раствора азотной кислоты и встряхивают в течение 2 мин для реэкстракции меди. После разделения слоев (через 10 мин) нижний органический слой отбрасывают, а верхний водный собирают в полипропиленовую пробирку вместимостью

5 или 10 $см^3$ с навинчивающейся крышкой. Массовая концентрация меди в реэкстракте соответствует массовой концентрации анионных СПАВ в рабочем градуировочном растворе.

11.3Градуировку спектрометра проводят, измеряя величину абсорбции меди в реэкстракте в порядке возрастания массовых концентраций Измерения каждого реэкстрактавыполняют относительно холостой пробы не менее двух раз и усредняют. Расхождения между измерениями не должны превышать 10%, в противном случае установку градуировочной характеристики повторяют.

11.4 Градуировочнуюхарактеристику строят в координатах: атомная абсорбция меди А –массовая концентрация анионных СПАВ в растворе С. За величину сигнала абсорбции принимают либо высоту, либо площадь получаемого пика. Выбор оптимального режима измерений производится оператором для каждого конкретного случая.

11.5 Для подготовки холостой пробы 250 $см^3$ деионизированной воды проводят через все стадии анализа в соответствии с 11.2.

11.6Для контроля стабильности градуировочной характеристики через 20 рабочих проб измеряют абсорбцию градуировочного раствора со средней или максимальной массовой концентрацией меди. Измерения проводят дважды и усредняют. Если полученный результат отличается от величины, полученной при градуировке, более чем на 10 %, проводят повторную градуировку.

12 Разложение проб

12.1 По краям стакана вместимостью 150 $см^3$ закрепляют кусок москитнойсетки таким образом, чтобы образовалось углубление, немного не доходящее до дна стакана.

12.2Пробу массой приблизительно50 гзаворачивают в фильтровальную бумагу и помещают в углубление москитной сетки.Добавляют 100

см^{3}нагретой до кипения деионизированной воды и устанавливают стакан на магнитную мешалку с подогревом. Пакетик с пробой должен быть полностью погружен в воду. По истечении экстракции (через 30 мин) водную вытяжку переносят в другой стакан вместимостью 250 см^3, а процедуру экстракции повторяют еще дважды, добавляя соответственно 100 и 50 см^3 деионизированной воды. Вторую и третью вытяжки объединяют с первой.Объединенную вытяжку объемом 250 см^{3}охлаждают до комнатной температуры.

13 Порядок выполнения измерений

13.1 Объединенную вытяжку переносят в делительную воронку вместимостью 500 см^3, и выполняют все стадии анализа, как описано в разделе 11.2.

13.2 Аликвоты пробы и модификатора вводят в графитовую кювету и атомизируют в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Выбор объема аликвоты пробы в диапазоне от 10 до 70 мм^3 производится оператором в зависимости от ожидаемой величины аналитического сигнала; объем аликвоты модификатора обычно составляет от 4 до 6 мм^3 на каждые 20 мм^3 пробы.

13.3 Цикл атомизации и измерение аналитического сигнала в анализируемой пробе проводят не менее двух раз.

13.4Значения массовой концентрации анионных СПАВв реэкстрактезаносят в рабочий журнал,форма которого приведена в приложении А.

13.5 Если измеренная массовая концентрация анионных СПАВ превышает максимальную массовую концентрацию на установленной градуировочной характеристике, пробу (реэкстракт) разбавляют раствором азотной кисло-ты 0,1N и повторяют измерения.

14Проверка приемлемости результатов параллельных измерений

14.1 Результатом измерений массовой долианионных СПАВ является среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений $\bar{X}$, мкг/г, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости r.

Предел повторяемости *r*и предел воспроизводимости *R*при измерении массовой концентрации анионных СПАВ в диапазоне концентраций от 20 до 240 мкг/дм^3, соответствующем диапазону массовой доли анионных СПАВ в пробе от 1 до 50 мкг/г,не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица4

Диапазон измерений массовой доли СПАВ X, мкг/г	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) *r*, мкг/г	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полу-ченными в разных лабораториях) *R*, мкг/г
От 1 до 50 включ.	0,25·X + 2,22	0,50·X + 4,16

14.2 Если расхождение превышает предел повторяемости, выполняют повторное измерение рабочих проб.При повторном расхождении результаты анализа бракуются, а в лаборатории выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют из-мерения в соответствии с требованиями настоящей методики.

15 Вычисление результатов измерений

15.1 Массовую долюанионных СПАВ в пробеX, мкг/г, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(\overline{C} - \overline{C}_x) \cdot P \cdot V}{m}, \qquad (1)$$

где $\overline{C}$ –значение среднего арифметическогодвух результатов параллельных измерений концентрации анионных СПАВв реэкстрактерабочей пробы,мкг/см^3;

$\overline{C}_x$ –значениесреднего арифметическогодвух результатов параллельных измерений концентрации анионных СПАВ в растворе холостой пробы, мкг/см^3;

P – коэффициент разбавления пробы (*P*=1, если разбавление не применялось);

V – объем реэкстракта, см^3;

m– навеска пробы, г.

15.2 Последовательность проведения анализа и результаты вычислений заносят в журнал, форма которого приведена в приложении А.

16 Оформление результатов измерений

Результат измерений представляют в виде

$$X \pm \Delta, \qquad (2)$$

где X – массовая доляанионных СПАВ в пробе, мкг/г;

$\pm\Delta$ - границы характеристики погрешности результата измерений при P=0,95 (таблица 1), мкг/г .

В случае, если массовая доляанионных СПАВ ниже границы диапазона измерений, указанного в таблице 1, производят следующую запись: «массовая доляанионных СПАВ менее (указать значение нижней границы диапазона) мкг/г.

17 Контроль качества результатов измерений

17.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проверку приемлемости результатов параллельных измерений согласно разделу 14; контроль процедуры измерений с использованием метода добавок и контроль стабильности результатов измерений.Добавки анионных СПАВ вносят в пробу в виде водных растворов, приготовленных и аттестованных согласно РМГ 60.

17.2 Для контроля погрешности измерения с использованием метода добавок проводят сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$, мкг/г, рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| \bar{X}' - \bar{X} - C \right| , \qquad (3)$$

где $\bar{X}'$ – результат контрольного измерения массовой доли анионных СПАВ в рабочей пробе с известной добавкой, мкг/г;

$\bar{X}$ – результат контрольного измерения массовой доли анионных СПАВ в рабочей пробе, мкг/г;

C – величина добавки, мкг/г.

17.3Норматив контроля погрешности K, мкг/г, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{лX'})^2 + (\Delta_{лX})^2}\ , \qquad (4)$$

где $\Delta_{лX'}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, соответствующее массовой доле анионных СПАВ в пробе с добавкой, мкг/г;

$\Delta_{лX}$– значение характеристики погрешности результатов измерений, соответствующее массовой доле анионных СПАВ в рабочей пробе, мкг/г.

Если результат контрольной процедуры $K_к$удовлетворяет условию

$$| K_к | \leq K\ , \qquad (5)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

17.4 При невыполнении условия (5) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

17.5 Результаты контроля заносят в рабочий журнал, форма которого приведена в приложении Б.

17.6 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в соответствиис ГОСТ Р ИСО 5725–(1-6)и РМГ 76. Периодичность контроля и контроль стабильности результатов измерений устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А
(рекомендуемое)
Форма рабочего журнала регистрации результатов измерений массовой долианионныхСПАВ

Проект: …
Матрица: донные отложения
Дата проведения анализа…

Шифр пробы	Навеска пробы m, г	Объем реэкст-ракта V, $см^3$	Коэффи-циент разбавления реэкстракта P	Массовая концентрация анионных СПАВ в реэкстракте, $мкг/см^3$			Массовая доля анионных СПАВ в пробе X, мкг/ г
				C_1	C_2	$\overline{C}$	
Холостая проба	-						-
Проба № 1							
Проба № 2							
Проба № n							

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма рабочего журнала регистрации результатов контроля погрешности с использованием метода добавок

Проект: …
Матрица: донные отложения
Дата проведения анализа: …

Шифр пробы	Массовая доля анионных СПАВ в рабочей пробе $\bar{X}$, мкг/г	Массовая доля анионных СПАВ в рабочей пробе с добавкой $\bar{X}'$, мкг/г	Результат контрольной процедуры $K_к$, мкг/г	Норматив контроля погрешности К, мкг/г

Библиография

[1] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. - Л.: Гидрометеоиздат, 1983.

[2]ПНД Ф 12.13.1-03 Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)

Ключевые слова: морские донные отложения, массовая доля, анионные СПАВ, методика измерений, атомно-абсорбционная спектрометрия

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Научно-производственное объединение «ТАЙФУН»
(ФГБУ «НПО «Тайфун»)

Россия, 249038, г. Обнинск Калужской обл., ул. Победы, 4
телефон.: (48439)71540, факс: (48439)40910, e-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 18.24.804/01.00305–2011/2013

Массовая доля анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах морских донных отложений. Методика измерений методом атомно-абсорбциионной спектрометрии в режиме электротермической атомизации,
разработанная
Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н. Зубова» (ФГБУ «ГОИН»), Кропоткинский пер., 6, г. Москва, 119034,
предназначенная для целей мониторинга загрязнения окружающей среды и регламентированная в
РД 52.10. 804–2013 «Массовая доля анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах морских донных отложений. Методика измерений методом атомно-абсорбциионной спектрометрии в режиме электротермической атомизации» (21 с.),
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009 «Методики (методы) измерений».

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов экспериментальных исследований по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Дата выдачи: 25.07.2013

Генеральный директор М.П. **В.М. Шершаков**

Приложение
к свидетельству об аттестации
методики (метода) измерений
№ 18.2480/01.00305—2011/2013

Метрологические характеристики

Результаты аттестации РД 52.10804.—2013 «Массовая доля анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах морских донных отложений. Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме электротермиической атомизации»,
соответствующие предъявляемым метрологическим требованиям, приведены в таблицах 1 и 2 (при принятой вероятности P= 0,95).

Т а б л и ц а 1– Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений – повторяемости, воспроизводимости, точности

Наименование компонента	Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного определения, полученных по методике в условиях повторяемости) σ_r, мг/кг	Показатель воспроизводимости* (среднее квадратическое отклонение всех результатов измерений, полученных по методике в условиях воспроизводимости) σ_R, мг/кг	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность результатов измерений, полученных по методике) ± Δ, мг/кг
Анионные СПАВ	От 1,0 до 50 включ.	0,09·X + 0,80	0,18·X + 1,50	0,36·X + 2,90
* Показатель воспроизводимости получен по результатам экспериментальных исследований в пяти лабораториях				

Т а б л и ц а 2–Значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Наименование компонента	Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений r, мг/кг	Предел воспроизводимости для двух результатов измерений R, мг/кг
Анионные СПАВ	От 1,0 до 50 включ.	0,25·X + 2,22	0,50·X + 4,16

При реализации методики измерений в лаборатории обеспечивают:
– оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
– контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности).
Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику измерений РД 52.10804-2013.
Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Начальник ЦМТР **А.Ф. Ковалев**

МП

2

gost.e-ecolog.ru