ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФБУ «Федеральный
центр анализа и оценки техногенного
воздействия»
_____ А.Б. Сучков
_____ 2013 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА (ХПК) В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.210-2005

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2005 г.
(Издание 2013 г.)

gost.e-ecolog.ru

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает фотометрическую методику определения бихроматной окисляемости (химического потребления кислорода, далее – ХПК). Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые; воды природные пресные, в том числе поверхностных и подземных источников водоснабжения; воды сточные производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные. Методика может быть использована для анализа проб талых, технических вод и проб снежного покрова.

Диапазон измеряемых значений ХПК составляет от 10 до 30000 мг/дм^3 (по методу А – от 10 до 100 мг/дм^3 и по методу Б – от 100 до 30000 мг/дм^3).

При значении ХПК свыше 1000 мг/дм^3 необходимо предварительное разбавление пробы.

Методика может быть использована для анализа проб воды с более высокими значениями ХПК при условии их предварительного разбавления, но не более чем в 100 раз.

Продолжительность анализа одной пробы – 4 часа, серии из 25 проб – 5 часов. 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 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. 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 10 до 100 вкл.	9	12	25
св. 100 до 500 вкл.	7	9	20
св. 500 до 30000 вкл.	5	7	15
Примечание – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2			

4. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на окислении органических веществ и некоторых неорганических веществ бихромат-ионом в кислой среде при нагревании в присутствии сернокислого серебра с последующим фотометрическим измерением уменьшения оптической плотности растворов при длине волны 450 нм (метод А) или увеличения при длине волны 620 нм (метод Б).

Метод А рекомендуется использовать при анализе проб, имеющих значение ХПК до 100 мг/дм^3 (например, питьевые, природные или очищенные сточные воды).

Метод Б рекомендуется использовать при анализе проб, имеющих значение ХПК более 100 мг/дм^3 (например, сточные производственные и хозяйственно-бытовые, талые и технические воды).

Определению мешают хлориды, влияние которых устраняется в ходе анализа добавлением сернокислой ртути. Содержанием других неорганических веществ, способных окисляться бихроматом в кислой среде, пренебрегают.

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 специального или высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Государственный стандартный образец (далее – ГСО) бихроматной окисляемости воды с погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности Р=0,95 не более 2 %;

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

5.1.4 Дозаторы медицинские лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объёмом дозирования по ГОСТ 28311;

5.1.5 Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770 класс точности 2;

5.1.6 Кюветы стеклянные с завинчивающимися крышками для спектрофотометра. Размеры кюветы: высота 100 мм, диаметр 16 мм;

5.1.7 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 см^3 по ГОСТ 29227, класс точности 2;

5.1.8 Пипетки с одной меткой вместимостью 1; 2; 5; 10; 100 см^3 по ГОСТ 29169, класс точности 2;

5.1.9 Реактор для проведения минерализации с ячейками под круглые кюветы, обеспечивающий температуру (150 ± 5) °С (минерализатор), например, фирмы HACH (США);

5.1.10 Термометр для минерализатора с диапазоном шкалы от 100 °С до 200 °С и ценой деления 2 °С;

5.1.11 Склянки из темного стекла вместимостью 500; 1000 $см^3$;

5.1.12 Спектрофотометр, обеспечивающий проведение измерения при длинах волн 450 нм и 620 нм, снабженный адаптером под круглые кюветы, например, фирмы HACH (США);

5.1.13 Стаканчики для взвешивания вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336;

5.1.14 Сушильный шкаф любой марки, обеспечивающий температуру (105 ± 5) °С, например, СНОЛ-3,5 по ТУ 16–681.032;

5.1.15 Холодильник бытовой любой марки, обеспечивающий температуру (2 – 10) °С;

5.1.16 Шпатель;

5.1.17 Штатив для хранения кювет;

5.1.18 Экран защитный для реактора, изготовленный из поликарбоната.

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

5.2 Реактивы и материалы

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

5.2.2 Калий двухромовокислый (бихромат калия), х.ч. по ГОСТ 4220 или стандарт-титр, например, по ТУ 6-09-2540;

5.2.3 Кислота серная, ос.ч. по ГОСТ 4204;

5.2.4 Ртуть (II) сернокислая (сульфат ртути), ч.д.а. по ТУ 2624-004-48438881;

5.2.5 Салфетки из хлопчатобумажной ткани или бумажные салфетки, например, “Kimwipes”;

5.2.6 Серебро сернокислое (сульфат серебра), х.ч. по ТУ 6-09-3703.

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 при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по 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 допускаются лица, имеющие специальное среднее или высшее образование химического профиля, владеющие техникой фотометрического анализа и изучившие правила эксплуатации используемого оборудования.

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 электросети	(220±22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593. Пробы снега в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 переводят в талую воду при температуре окружающей среды.

9.2 Пробы отбирают в пластиковые или стеклянные флаконы. Стеклянные флаконы предпочтительнее при отборе проб с низкими значениями ХПК. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,1 $дм^3$.

9.3 Анализ отобранной пробы выполняют как можно быстрее. Если невозможно выполнить анализ в день отбора, то пробу консервируют серной кислотой, вносимой во флакон для отбора проб из расчета 10 $см^3$ H_2SO_4 на 1000 $см^3$ воды. Срок хранения пробы – 3 суток при температуре (2 – 10) °С.

9.4 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 Подготовка оборудования

Подготовку спектрофотометра и минерализатора к работе проводят в соответствии с инструкциями по эксплуатации.

10.2 Приготовление растворов

10.2.1 Раствор бихромата калия (для выполнения анализа по методу Б)

В стаканчике отвешивают (49,03 ± 0,01) г предварительно высушенного в течение 2 часов при температуре (105 ± 5) °С бихромата калия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и количественно перено-

сят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Примечание – Допускается приготовление раствора бихромата калия, используемого по методу Б из стандарт-титра. Для этого содержимое ампулы растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Срок хранения раствора – 3 месяца в склянке из тёмного стекла при температуре окружающей среды.

10.2.2 Раствор бихромата калия (для выполнения анализа по методу А)

В стаканчике отвешивают (4,90 ± 0,01) г предварительно высушенного в течение 2 часов при температуре (105 ± 5) °С бихромата калия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор бихромата калия (для выполнения анализа по методу А) можно также приготовить из стандарт-титра в соответствии с процедурой приготовления раствора, изложенной в инструкции.

Примечание – Допускается приготовление раствора бихромата калия разбавлением 100 см^3 раствора бихромата калия, приготовленного для выполнения анализа по методу Б, в колбе вместимостью 1000 см^3 дистиллированной водой.

Срок хранения раствора – 3 месяца в склянке из тёмного стекла при температуре окружающей среды.

10.2.3 Раствор сернокислого серебра в серной кислоте

В стаканчике отвешивают (13,0 ± 0,1) г сернокислого серебра, осторожно растворяют в (20—25) см^3 концентрированной серной кислоты, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки концентрированной серной кислотой. Срок хранения раствора – 3 месяца в склянке из темного стекла при температуре окружающей среды.

10.2.4 Основной градуировочный раствор со значением ХПК 1000 мг /дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой переносят 10 см^3 раствора ГСО со значением ХПК 10000 мг/дм^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора – 3 месяца при температуре (2 – 10) °С.

10.2.5 Градуировочные растворы

При использовании метода А:

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипеткой или дозатором переносят 1,0; 2,0; 5,0; 8,0; 10,0 см^3 основного градуировочного раствора со значением ХПК 1000 мг/дм^3, приготовленного по 10.2.4, объемы растворов в колбах доводят до метки дистиллированной водой. Значения ХПК полученных растворов составляют соответственно 10; 20; 50; 80; 100 мг/дм^3.

При использовании метода Б:

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипеткой или дозатором переносят 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора ГСО со значением ХПК 10000 мг/дм^3, объемы растворов в колбах доводят до метки дистиллированной водой. Значе-

ния ХПК полученных растворов составляют соответственно 100; 200; 400; 500; 800; 1000 мг/дм^3.

При установлении градуировочных характеристик по методам А и Б используют только свежеприготовленные растворы.

10.3 Установление градуировочной характеристики

10.3.1 В кюветы для измерения значений ХПК пипеткой вносят по 2 см^3 каждого градуировочного раствора, по 0,5 см^3 раствора бихромата калия (для выполнения анализа по методу А или по методу Б), по 3 см^3 раствора сернокислого серебра в серной кислоте и приблизительно 0,05 г сернокислой ртути. Готовят по два образца каждого градуировочного раствора. Одновременно готовят 3 параллельные холостые пробы. В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов.

10.3.2 Кюветы с градуировочными растворами и холостыми пробами плотно завинчивают резьбовыми пробками, несколько раз переворачивают для перемешивания содержимого кюветы и помещают для окисления в реактор ХПК, предварительно нагретый до температуры (150 ± 5) °С.

Внимание *– С целью обеспечения безопасности перед реактором установить защитный экран.*

10.3.3 Через два часа с момента загрузки реактор отключают, охлаждают в течение приблизительно 20 минут. Кюветы вынимают из реактора пока они ещё горячие, соблюдая меры предосторожности, и перемешивают переворачиванием дважды. Ставят кюветы в штатив и охлаждают до температуры окружающей среды.

Проводят визуальный контроль уровня раствора в кюветах. Если уровень раствора в кюветах заметно уменьшился относительно первоначального, что может быть в результате нарушения герметичности, данная проба отбраковывается и приготавливается заново.

Внимание *– При использовании стеклянных фотометрических кювет наружные поверхности протирают сначала слегка увлажненной, затем чистой сухой тканевой или бумажной салфеткой. При дальнейших операциях кюветы берут руками только за резьбовые пробки, не касаясь пальцами стеклянной поверхности.*

10.3.4 В соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора для установления градуировочной характеристики сначала выбирают холостую пробу. Для этого измеряют оптическую плотность холостых проб при длине волны 450 нм (для метода А) или 620 нм (для метода Б) относительно воздуха и сравнивают полученные значения. Из трех холостых проб для дальнейших измерений выбирают ту, оптическая плотность которой находится в интервале между двумя найденными крайними значениями.

10.3.5 Проводят подготовку спектрофотометра к установлению градуировочной характеристики в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

10.3.6 В память прибора с помощью клавиатуры вводят величины значений ХПК градуировочных растворов в порядке их увеличения и измеряют значения оптической плотности растворов относительно холостой пробы, выбранной по 10.3.4. Полученные значения оптической плотности сохраняют в памяти спектрофотометра согласно инструкции к прибору.

Примечание – При измерении оптической плотности по методу А значение оптической плотности каждого последующего измеренного раствора уменьшается.

10.3.7 Градуировку проводят при смене партии калия двухромовокислого, ртути сернокислой и серебра сернокислого, а так же после ремонта прибора, но не реже 1 раза в 3 месяца.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Проверку стабильности градуировочной характеристики проводят перед выполнением измерений серии проб по результатам анализа одного из градуировочных растворов. Градуировочную характеристику считают стабильной, если измеренное значение ХПК градуировочного раствора не отличается от аттестованного значения более чем на 15%. Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполнятся для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого раствора с целью исключения грубой погрешности.

Если градуировочная характеристика нестабильна, то выявляют причину появления нестабильности и устраняют ее, после чего проводят проверку стабильности еще раз не менее, чем по двум градуировочным растворам. При повторении нестабильности заново устанавливают градуировочную характеристику.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В кювету пипеткой или дозатором вносят 2 $см^3$ тщательно перемешанной анализируемой пробы, 0,5 $см^3$ раствора бихромата калия для метода А или для метода Б, 3 $см^3$ раствора сернокислого серебра в серной кислоте, добавляют шпателем приблизительно (0,04 – 0,06) г сернокислой ртути, плотно закрывают крышкой с резьбовой пробкой, несколько раз переворачивают и далее обрабатывают согласно п. 10.3.2 и 10.3.3. Измерение проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спекторофотометра при длине волны 450 нм (метод А) или 620 нм (метод Б) по отношению к холостой пробе. В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов.

Примечание 1 – Если после минерализации пробы и охлаждения до температуры окружающей среды раствор остается мутным, то анализ пробы повторяют, предварительно разбавив ее дистиллированной водой.

Примечание 2 – Если при выполнении анализа по методу А значение ХПК выше 100 $мг/дм^3$, то анализ проводят по методу Б.

Если при выполнении анализа по методу Б значение ХПК выше 1000 $мг/дм^3$, то анализ повторяют, предварительно разбавив пробу дистиллированной водой.

Если при выполнении анализа по методу Б значение ХПК ниже 100 $мг/дм^3$, то анализ проводят по методу А.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

В случае разбавления анализируемой воды в ходе анализа, значение ХПК (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V_2}$$

где X – значение ХПК в мг/дм^3 в анализируемой пробе;
C – значение ХПК в мг/дм^3, согласно показаниям прибора;
V_1 – объем колбы, взятой для разбавления, см^3;
V_2 – объем пробы воды, взятой для анализа, см^3.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений в протоколах анализов представляют в виде:

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

где $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$;
δ – значение характеристики погрешности (таблица 1), %;
X – значение ХПК в анализируемой пробе, мг/дм^3.

Результаты измерений значения ХПК при занесении в протокол анализа округляют с точностью в диапазоне:

от 10 до 1000 мг/дм^3	— до 1 мг/дм^3;
свыше 1000 до 10000 мг/дм^3	— до 10 мг/дм^3;
свыше 10000 до 30000 мг/дм^3	— до 100 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 10 до 100 вкл.	25	34
св. 100 до 500 вкл.	20	25
св. 500 до 30000 вкл.	14	20

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 В случае регулярного выполнения анализа по методике рекомендуется проводить 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 готовят с использованием ГСО и дистиллированной воды. Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

15.2 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.).

В качестве образцов для контроля используют образцы, приготовленные с использованием ГСО и дистиллированной воды. Контрольные образцы со значениями ХПК менее 40 мг/дм^3 используют свежеприготовленными, а образцы со значениями ХПК (40 – 1000) мг/дм^3 хранят в течение 1 месяца при температуре (2 – 10) °С.

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 значения ХПК в образце для контроля, мг/дм^3;

С – аттестованное значение ХПК в образце для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле

$$К = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ – характеристика погрешности аттестованного значения ХПК в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм^3.

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

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

Значения δ приведены в таблице 1.

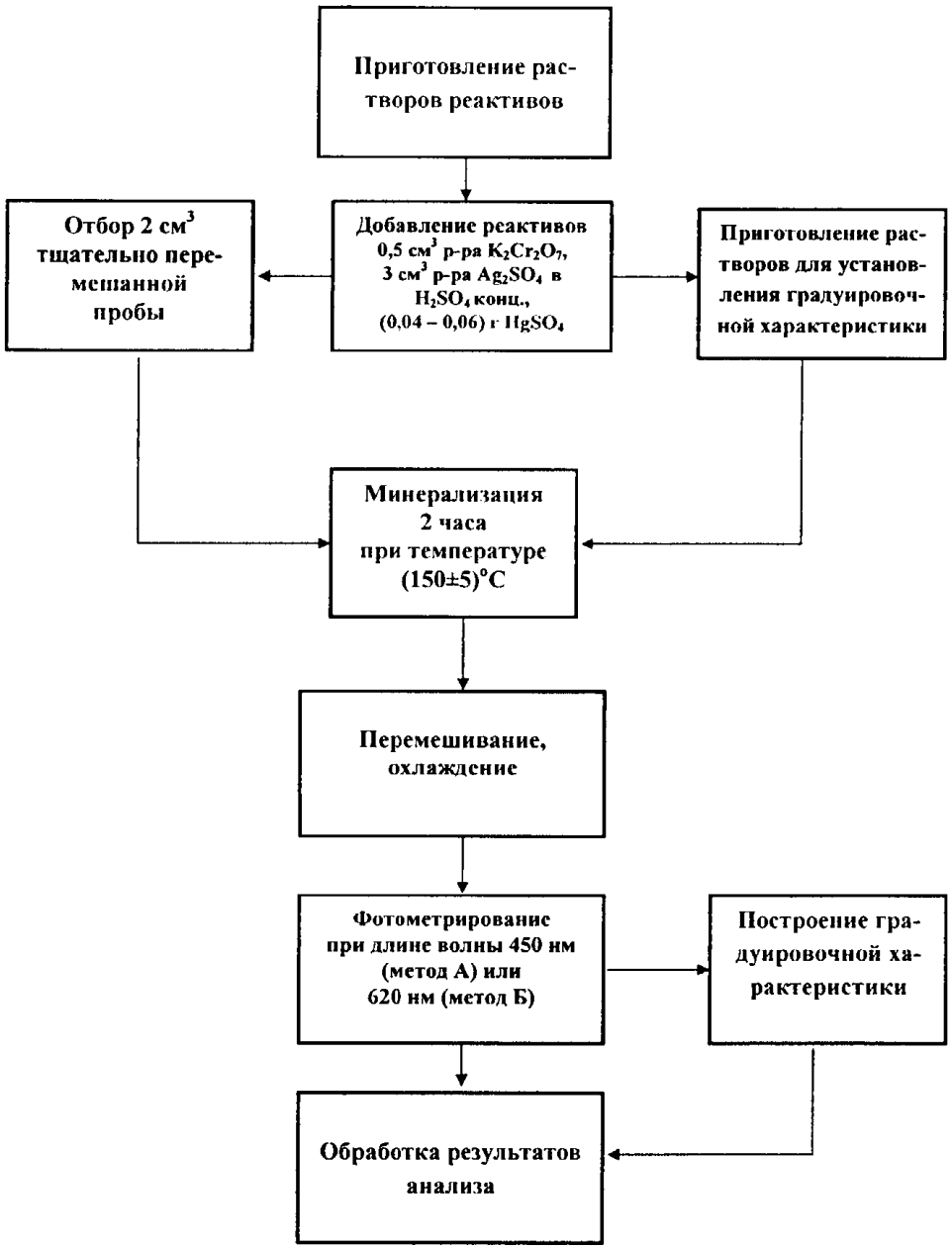
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \leq K$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



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

№ 004/01.00301-2010/2013

Методика измерений химического потребления кислорода (ХПК) в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим 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 14.1:2:4.210-2005 «Методика измерений химического потребления кислорода (ХПК) в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом», 2013 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.

И.о. директора ФБУ «ФЦАО» **А.Б. Сучков**

Дата выдачи: 30 мая 2013 г.

117105, г. Москва, Варшавское шоссе [illegible], тел./факс: (495) 781-64-95, www.fcao.ru

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 004/01.00301-2010/2013 об аттестации методики измерений химического потребления кислорода (ХПК) в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом
на 1 листе

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 10 до 100 вкл.	9	12	25
св. 100 до 500 вкл.	7	9	20
св. 500 до 30000 вкл.	5	7	15

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости

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 10 до 100 вкл.	25	34
св. 100 до 500 вкл.	20	25
св. 500 до 30000 вкл.	14	20

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»
Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389-2, дата выдачи: 12.11.2012 г.) Т.Н. Попова

gost.e-ecolog.ru