ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»
_____ Катанин
"23" марта 2011 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АНИОННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ПИТЬЕВЫХ, ПОВЕРХНОСТНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.15-95

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1995 г.
(издание 2011 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»).

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

Разработчик:

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)
Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86
Телефон: (495) 943-29-44
Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика **преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.**

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ) в питьевых, поверхностных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

Диапазон определяемых концентраций в пересчете на додецилсульфат натрия от 0,01 до 10 мг/дм^3.

Если массовая концентрация анионных поверхностно-активных веществ в анализируемой пробе превышает 0,25 мг/дм^3, то пробу необходимо разбавлять.

Мешающее влияние хлоридов, нитратов, роданидов, белков, сульфидов, полисульфидов и тиосульфатов устраняется в ходе проведения анализа (п.9.1).

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений[1] – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений,	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u, %	Расширенная относительная неопределенность[2], U при коэффициенте охвата k = 2, %
От 0,01 до 0,10 включ.	18	36
Св. 0,10 до 0,5 включ.	10	20
Св. 0,5 до 10 включ.	8	16

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

– оценке качества проведения испытаний в лаборатории;

– оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, оборудование и материалы:

3.1 Средства измерений, оборудование и материалы

3.1.1 Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа, позволяющий измерять оптическую плотность при λ=650 нм.

3.1.2 Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008

3.1.3 Пипетки 1-2-2-5;
1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.

3.1.4 Колбы 2-50-2;
2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.5 Цилиндры 1-25 по ГОСТ 1770-74.

3.1.6 Кюветы с толщиной оптического слоя 30 мм.

3.1.7 Воронки В-25-38 ХС по ГОСТ 25336-82.

3.1.8 Воронки делительные ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336-82.

3.1.9 Пробирки ПЗ-25 ХС по ГОСТ 25336-82.

3.1.10 Стаканы Н-1 - 1000 ТХС;
Н-2 - 2000 ТХС по ГОСТ 25336-82.

3.1.11. Бумага универсальная индикаторная по ТУ 6-09-1181.

3.1.12 Государственный стандартный образец (ГСО) состава анионных ПАВ или
Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора анионных ПАВ.

Примечания.

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.2 Реактивы

3.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.2.2 Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198-75.

3.2.3 Натрия додецилсульфат по ТУ 6-09-10-1405-79.

3.2.4 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77.

3.2.5 Метиленовый синий.

3.2.6 Хлороформ по ТУ 6-09-06-4263.

Примечания.

1 Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Фотометрический метод определения массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ основан на образовании окрашенного соединения, экстрагируемого хлороформом, при взаимодействии анионоактивных веществ с метиленовым синим. Оптическую плотность измеряют при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 30 мм.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

5.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического анализа, изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ 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 не более 80% при температуре 25°С;
напряжение сети (220±22) В;
частота переменного тока (50 ±1) Гц.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка прибора к работе, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, установление и контроль стабильности градуировочной характеристики, отбор проб.

8.1 Подготовка прибора к работе

Подготовку спектрофотометра или фотоэлетроколориметра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

8.2 Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1 Приготовление нейтрального раствора метиленового синего

На аналитических весах взвешивают 0,35 г метиленового синего, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в таре из темного стекла не более 6 месяцев.

8.2.2 Приготовление кислого раствора метиленового синего

На аналитических весах взвешивают 0,35 г метиленового синего, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в дистиллированной воде (примерно 0,5 дм^3), добавляют 6,5 см^3 концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в таре из темного стекла не более 6 месяцев.

8.2.3 Приготовление фосфатного буферного раствора

На аналитических весах взвешивают 16,3308 г калия фосфорнокислого однозамещенного и растворяют в 1200 см^3 дистиллированной воды.

На аналитических весах взвешивают 5,04 г гидроксида натрия, растворяют в 630 см^3 дистиллированной воды. Оба раствора смешивают.

Срок хранения 3 месяца.

8.3 Приготовление градуировочных растворов АПАВ

8.3.1 Приготовление из ГСО[3] основного градуировочного раствора с массовой концентрацией АПАВ 0,1 мг/см³.

Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. 1 см³ раствора должен содержать 0,1 мг АПАВ.

Срок хранения 1 месяц при температуре 3-5°С в склянке с притертой пробкой.

8.3.2 Приготовление рабочего раствора АПАВ с массовой концентрацией 0,001 мг/см³

Пипеткой отбирают 5 см³ основного раствора АПАВ, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 мг додецилсульфата натрия.

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.4 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией АПАВ 0,01-0,25 мг/дм³. Условия измерений, его проведение должны соответствовать описанным в п.п. 7,9.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочных кривых приведены в таблице 2. Неопределенность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки не превышает 2,8 %.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

№ образца	Объем рабочего градуировочного раствора с С=0,001 мг/см³, помещаемого в мерную колбу на 100 см³, см³	Массовая концентрация, мг/дм³
1	0,0	0,00
2	1,0	0,01
3	2,0	0,02
4	5,0	0,05
5	10,0	0,10
6	15,0	0,15
7	20,0	0,20
8	25,0	0,25

[3] Приготовление градуировочных растворов из додецилсульфата натрия приведено в Приложении Б.

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 АПАВ в мг/дм^3.

8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал, а также при смене партий реактивов, после поверки или ремонта прибора. 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:

$$| X - C | \le 0{,}01 \cdot 1{,}96 \cdot C \cdot u_{I(TOE)}, \qquad (1)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ;

$u_{I(TOE)}(\sigma_R)$, % - стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности, %.

Значения $u_{I(TOE)}(\sigma_R)$, % приведены в Приложении А.

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.

8.6 Отбор и хранение проб

Отбор проб питьевых вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51593-2000 "Вода питьевая. Отбор проб".

Отбор проб поверхностных и сточных вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб", ПНД Ф 12.15.1-08 "Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод".

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

АПАВ - неустойчивый компонент, поэтому определение 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 в течение 2-3 суток.

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

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

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер пробы;

объем пробы;

должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Устранение мешающих влияний

Для устранения мешающего влияния хлоридов, нитратов, роданидов и белков хлороформный экстракт при проведении измерений промывают кислым раствором метиленового синего.

Сульфиды, полисульфиды и тиосульфаты окисляют добавлением на 100 $см^3$ пробы 10,0 $см^3$ фосфатного буферного раствора и 2,0 $см^3$ с раствора перекиси водорода с массовой долей 20% и выдерживанием пробы в течение 5 минут.

9.2 Ход анализа

100 $см^3$ пробы или меньший ее объем, содержащий 0,01-0,25 $мг/дм^3$ АПАВ, доведенный до 100 $см^3$ дистиллированной водой, помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ фосфатного буферного (pH=10) раствора, 5 $см^3$ раствора метиленового синего (нейтрального). Содержимое воронки перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют 8 $см^3$ хлороформа, смесь энергично встряхивают в течение 1 мин и дают постоять 1 мин до полного разделения слоев. Затем сливают хлороформный экстракт в такую же делительную воронку, в которую предварительно наливают 110 $см^3$ дистиллированной воды и 5 $см^3$ кислого раствора метиленового синего. В первую воронку добавляют 5 $см^3$ хлороформа, взбалтывают в течение 1 мин и хлороформный экстракт также сливают во вторую делительную воронку. Третью экстракцию проводят аналогич-

ным способом с 4 см^3 хлороформа. Затем содержимое второй воронки встряхивают в течение 1 мин и оставляют до разделения слоев. Экстракт сливают в пробирку через воронку с кусочком ваты для отделения мути и измеряют оптическую плотность при длине волны λ=650 нм (красный светофильтр) в кюветах с толщиной оптического слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию АПАВ, X (мг/дм^3) в пробах рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 100}{V}, \qquad (2)$$

где a - массовая концентрация анионных поверхностно-активных веществ, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

100- объем, до которого доводится проба, см^3;

V - объем пробы, взятый для анализа, см^3.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm = 0{,}01 \cdot U \cdot X$, мг/дм^3,

где X – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10, мг/дм^3;

U – значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2).

Значение U приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm 0{,}01 \cdot U_л \cdot X$, мг/дм^3, P=0,95, при условии $U_л < U$, где $U_л$ - значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание.

При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;

– способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;

- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов измерений возлагают на лицо, ответственное за систему менеджмента качества в лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|, \qquad (3)$$

где X' – результат измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в пробе с известной добавкой.

X – результат измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в исходной пробе.

$C_д$ – величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2\sqrt{\sigma^2_{I(ТОБ)_{X'_{ср}}} + \sigma^2_{I(ТОБ)_{X_{ср}}}}, \qquad (4)$$

где $\sigma^2_{I(TOE)_{X_{ср}}}$, $\sigma^2_{I(TOE)_{X_{ср}}}$ - стандартные отклонения промежуточной прецизионности,, соответствующие массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно, мг/дм^3.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (5)$$

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

12.3 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C' - C |, \qquad (6)$$

где C' – результат измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в образце для контроля;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{I(TOE)}, \qquad (7)$$

где $\sigma_{I(TOE)}$ - стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в образце для контроля, мг/дм^3.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (8)$$

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ДВУХ ЛАБОРАТОРИЯХ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, (АПАВ в пересчете на додецилсульфат натрия), мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0,01 до 0,10 включ.	48
Св. 0,10 до 0,5 включ.	27
Св. 0,5 до 10 включ.	22

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность[4], %		
		(от 0,01 - 0,10) мг/дм^3	(св. 0,10 - 0,5) мг/дм^3	(св. 0,5 - 10) мг/дм^3
Приготовление градуировочных растворов, u_1, %	B	2,8	2,8	2,8
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_2, %	B	2,2	1,5	1,5
Подготовка проб к анализу, u_3, %	B	2,5	2,5	2,5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости[5], u_r (σ_r), %	A	12	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности[4], $u_{I(TOE)}$ ($\sigma_{I(TOE)}$), %	A	15	9	7
Стандартное отклонение измерений полученных в условиях воспроизводимости, u_R (σ_R), %	A	17	10	8,5
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c, %		18	10	8
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при $k = 2$, %		36	20	16

Примечания:
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

[4] Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.
[5] Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Приготовление градуировочных растворов АПАВ из додецилсульфата натрия

Б.1 Приготовление основного градуировочного раствора АПАВ (анионоактивных) с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3

На аналитических весах взвешивают 0,100 г додецилсульфата натрия. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 1 см^3 хлороформа. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм^3.

1 см^3 раствора содержит 0,5 мг додецилсульфата натрия.

Раствор хранят при температуре 3-5°С в течение месяца в склянке с притертой пробкой.

Б.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора АПАВ с массовой концентрацией 0,001 мг/см^3

Пипеткой отбирают 5 см^3 основного градуировочного раствора АПАВ, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

1 см^3 раствора содержит 0,001 мг додецилсульфата натрия.

Раствор готовят непосредственно перед проведением измерений.

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

№ 005/01.00301-2010/2011

Методика измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в питьевых, поверхностных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом

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

разработанная ФБУ «ФЦАО» 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.15-95 «Методика измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в питьевых, поверхностных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом», 2011 г., на 16 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 2 листах.

И.о. директора ФБУ «ФЦАО» **С.А. Хахалин**

Дата выдачи: 15.03.2011

125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1, тел.: (495) 943-29-44, www.[illegible]

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 648-6066, 800-7617, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 005/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в питьевых, поверхностных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом

на 2 листах

1 Показатели точности измерений[1] приведены в таблице 1

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u, %	Расширенная относительная неопределенность[2], U при коэффициенте охвата k = 2, %
От 0,01 до 0,10 включ.	18	36
Св. 0,10 до 0,5 включ.	10	20
Св. 0,5 до 10 включ.	8	16

2 Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		(от 0,01 – 0,10) мг/дм^3	(св. 0,10 – 0,5) мг/дм^3	(св. 0,5 – 10) мг/дм^3
Приготовление градуировочных растворов, u_1, %	B	2,8	2,8	2,8
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_2, %	B	2,2	1,5	1,5
Подготовка проб к анализу, u_3, %	B	2,5	2,5	2,5
Стандартное отклонение результатов змерений, полученных в условиях повторяемости[3], u_r (σ_r), %	A	12	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности[3], $u_{(пром)}$ ($\sigma_{(пром)}$), %	A	15	9	7
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, u_R, (σ_R),%	A	17	10	8,5
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c, %		18	10	8
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при $k = 2$, %		36	20	16

Примечания.

1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.

2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

---

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

[3] Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

к свидетельству № 005/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в питьевых, поверхностных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом

на 2 листах

3 Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Таблица 3 - Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Наименование операции	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Значение норматива при вероятности P = 0,95,%		
		(от 0,01 – 0,10) мг/дм^3	(св. 0,10 – 0,5) мг/дм^3	(св. 0,5 – 10) мг/дм^3
Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому	R[4]		
		48	27	22

Эксперт в области аттестации
методик (методов измерений)
Сертификат № RUM 02.33.00389
Дата выдачи: 24.11.2009 г.

Т.Н. Попова

[4] Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.

gost.e-ecolog.ru