ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФБУ «Федеральный центр
экологической оценки техногенного
воздействия»



В.И.Цуканов
2012 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ (НПАВ) В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ПРИСУТСТВИИ АНИОНОАКТИВНЫХ ПАВ (АПАВ)

ПНД Ф 14.1:2:4.194-2003
(ФР.1.31.2007.03803)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2003 г.
(Издание 2012 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит ФБУ «ФЦАО».

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

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом в присутствии анионоактивных ПАВ.

Диапазон измеряемых концентраций:

- от 0,5 до 10 мг/дм^3 для питьевых вод;
- от 0,5 до 100 мг/дм^3 для природных и сточных вод.

Если массовая концентрация НПАВ в анализируемой пробе превышает 10 мг/дм^3, то пробу необходимо разбавлять.

Избавление от мешающего влияния анионоактивных ПАВ описано в п.9.1.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости), σ_R, %
Воды питьевые			
От 0,5 до 2,5 вкл.	30	11	15
Св. 2,5 до 10 вкл.	21	7	10,5
Воды природные, сточные			
От 0,5 до 2,5 вкл.	35	12	17,5
Св. 2,5 до 10 вкл.	30	11	15
Св. 10 до 100 вкл.	26	9,5	13

[1] Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

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

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ, СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы и стандартные образцы.

3.1 Средства измерений

- Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 470 нм

- Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм

- 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

- Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001

- Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74

- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91

- Цилиндры (мензурки) вместимостью 25, 100, 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74

3.2 Вспомогательное оборудование

- Стаканы химические В-1-250 (500) ТХС по ГОСТ 25336-82

- Стаканы (бюксы) для взвешивания СВ по ГОСТ 25336-82

- Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82

- Воронки делительные ВД-1-50(250) ХС по ГОСТ 25336-82
- Колбы конические Кн-2-100(250, 500) ХС по ГОСТ 25336-82
- Часы песочные на 1 и 3 мин или
- Часы сигнальные лабораторные
- Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 29225-91
- Колонки ионообменные 300х25 с одноходовым краном
- Баня водяная
- Бутыли или склянки для отбора проб и хранения растворов

Примечания

1 Допускается применение иных средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы, материалы и стандартные образцы

- Кислота фосфорномолибденовая по ТУ 6-09-3540-78
- Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77
- Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86
- Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159-76
- Фенолфталеин по ТУ 6-09-5360-88
- Кислота соляная по ГОСТ 3118-77
- Хлороформ по ГОСТ 20015-88
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- Вата медицинская по ГОСТ 5556-81
- ГСО с аттестованным содержанием НПАВ с погрешностью не более 1 % при P=0,95

Примечания

1 Все реактивы должны иметь квалификацию х.ч. или ч.д.а.

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод определения НПАВ основан на экстракции их из пробы воды хлороформом, обработке экстракта фосфорномолибденовой кислотой в присутствии соляной кислоты и роданистого аммония, восстановлением образующегося при этом роданистого комплекса молибдена солянокислым гидразином до тиоцианата молибдена, растворимого в хлороформе, и фотометрировании экстракта тиоцианата молибдена при $\lambda = 470$ нм.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

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

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

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

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

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 ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях.

- Температура окружающего воздуха (20±5) °С
- Атмосферное давление (84-106) кПа
- Относительная влажность не более 80 % при t=25 °С
- Напряжение в сети (220±22) В

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка прибора, приготовление растворов, построение градуировочного графика, контроль стабильности градуировочной характеристики, отбор проб.

8.1 Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление раствора фосфорномолибденовой кислоты с массовой долей 10 %

Навеску 10,0 г фосфорномолибденовой кислоты помещают в коническую колбу и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды при нагревании. После охлаждения, выпавшую избыточную кислоту не отфильтровывают, а дают ей отстояться. Раствор становится непригодным при изменении желтой окраски на зеленую.

8.2.2 Приготовление раствора аммония роданистого с массовой долей 10 %

Навеску 10,0 г аммония роданистого помещают в коническую колбу и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.3 Приготовление раствора гидразина дигидрохлорида с массовой долей 10 %

Навеску 10,0 г гидразина дигидрохлорида помещают в коническую колбу и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды.

8.2.4 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 10 %

Навеску 10,0 г натрия гидроксида помещают в коническую колбу и растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор пригоден для использования до образования хлопьев.

8.2.5 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

Смешивают равные объемы дистиллированной воды и концентрированной соляной кислоты (кислоту осторожно приливают в воду).

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

8.2.6 Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1 %

Навеску 0,1 г фенолфталеина помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки 96 % этиловым спиртом.

Раствор хранят до внешних изменений в склянке из темного стекла.

8.2.7 Приготовление основного градуировочного раствора НПАВ

Раствор готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. В 1 $см^3$ раствора должно содержаться 0,1 мг НПАВ.

Срок хранения раствора 3 месяца.

8.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией НПАВ 0,5 - 10 $мг/дм^3$. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п.7 и 9.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть градуировочного раствора НПАВ с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3, помещаемая в мерную колбу вместимостью 100 см^3, см^3	Массовая концентрация НПАВ в градуировочных растворах, мг/дм^3
1	0,0	0,0
2	0,5	0,5
3	1,0	1,0
4	2,0	2,0
5	3,0	3,0
6	5,0	5,0
7	7,0	7,0
8	10,0	10,0

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 градуировочных графиков по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину массовой концентрации вещества в мг/дм^3.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в квартал или при смене партии реактивов, после ремонта и поверки прибора. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X - C| < 0{,}01 \cdot C \cdot 1{,}96\sigma_{R_л} \qquad (1)$$

где X - результат контрольного измерения содержания НПАВ в образце для градуировки, мг/дм^3;

C - аттестованное значение массовой концентрации НПАВ в образце для градуировки, мг/дм^3;

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

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

Значения σ_R приведены в Таблице 1.

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

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины ее нестабильности с использованием других образцов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый график.

8.5 Подготовка анионита

Взвешивают 50 г сухого анионита ЭДЭ-10П или АВ-17, помещают в стакан, заливают 10 % раствором гидроксида натрия и выдерживают 2 часа. Далее переносят анионит в стеклянную колонку, промывают водой до нейтральной реакции по фенолфталеину, затем 50 см^3 этилового спирта и снова дистиллированной водой. Подготовленный анионит помещают в стеклянную колонку, снабженную краном, и заливают его дистиллированной водой так, чтобы вода покрывала анионит. Подготовленный анионит до использования следует держать в дистиллированной воде.

8.6 Отбор и хранение проб

8.6.1 Отбор проб производят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51593-2000 «Вода питьевая. Отбор проб», 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».

8.6.2 Бутыли для отбора и хранения проб воды обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной водой, затем 3-4 раза дистиллированной водой.

8.6.3 Если на поверхности водоема наблюдается пена, не допускается ее попадание в отбираемую пробу.

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

8.6.5 Пробы анализируют в день отбора или консервируют 2-4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ пробы или 40 % раствором формальдегида и хранят при t=2-5 °С в течение 1 месяца.

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

При отборе проб составляется акт отбора проб по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- объем пробы;
-должность, фамилия отобравшего пробу, дата.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Устранение мешающих влияний

Устранение мешающего влияния анионоактивных ПАВ проводят при любом их содержании в анализируемой воде. Берут 100 $см^3$ исследуе-

мой воды (или меньший объем, доведенный до 100 см^3) с содержанием НПАВ в воде от 0,5 до 10,0 мг/дм^3. Пропускают через колонку с анионитом со скоростью 3-4 см^3/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см^3. Скорость пропускания воды контролируют с помощью песочных часов на 1 мин. Затем колонку промывают 50 см^3 этилового спирта и 25 см^3 дистиллированной воды. Элюаты объединяют, и спирт выпаривают на водяной бане, контролируя уменьшение объема (до 125 см^3).

9.2 Ход анализа

Исследуемую воду переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 10 см^3 хлороформа и экстрагируют в течение 3 минут. После отстаивания сливают хлороформный экстракт в делительную воронку вместимостью 50 см^3. Экстракцию повторяют с новой порцией (10 см^3) хлороформа. Экстракты объединяют, добавляют 0,2 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 0,2 см^3 10 % раствора фосфорномолибденовой кислоты, 0,5 см^3 10 % раствора роданида аммония и 1 см^3 10 % раствора гидразина дигидрохлорида. Содержимое воронки встряхивают в течение 3-х минут и после отстаивания хлороформный слой сливают через слой ваты, смоченной хлороформом, в сухую мерную колбу вместимостью 25 см^3. Вату промывают хлороформом и доводят им объем до 25 см^3. Одновременно проводят «холостой опыт» с дистиллированной водой. Светопоглощение хлороформных экстрактов устанавливается через 15 минут после их приготовления и стабильно в течение часа. Измеряют оптическую плотность экстрактов при λ=470 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм на фоне «холостой пробы».

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию НПАВ (X, мг/дм^3) в анализируемой пробе в пересчете на стандартный образец вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C * 100}{V}, \qquad (2)$$

где C – массовая концентрация НПАВ, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V – объем пробы, взятой для определения, $см^3$;

100 – объем, до которого разбавлена проба, $см^3$.

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

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0{,}01 \cdot r \cdot X_{ср}, \qquad (4)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

При невыполнении условия (4) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 3 – Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазоны измерений, $мг/дм^3$	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Воды питьевые		
От 0,5 до 2,5 вкл.	31	42
Св. 2,5 до 10 вкл.	20	29
Воды природные и сточные		
От 0,5 до 2,5 вкл.	34	49
Св. 2,5 до 10 вкл.	31	42
Св. 10 до 100 вкл.	27	36

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

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

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений массовой концентрации НПАВ (X, мг/дм^3) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

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

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

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

12 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) повторяемо-

сти, 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.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с п. 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

$$K_к = \left| X'_{ср} - X_{ср} - C_д \right|, \qquad (5)$$

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации НПАВ в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3.

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации НПАВ в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4), мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_{ср}} + \Delta^2_{л,X_{ср}}}, \qquad (6)$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

№ 019/01.00301-2010/2012

Методика измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом в присутствии анионоактивных ПАВ (АПАВ),

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

разработанная Филиалом ФБУ «ЦЛАТИ по ДФО» - ЦЛАТИ по Приморскому краю, 690091, г. Владивосток, Океанский проспект, д. 13 А,

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.194-2003 «Методика измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом в присутствии анионоактивных ПАВ (АПАВ)», 2012 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 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» В.И. Цуканов

Дата выдачи: 07.12.2012 г.

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 9А, тел./факс (495) 781-04-95, www.fcao.ru

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 019/01.00301-2010/2012 об аттестации методики измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом в присутствии анионоактивных ПАВ (АПАВ)

на 1 листе

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
Воды питьевые			
От 0,5 до 2,5 вкл.	30	11	15
Св 2,5 до 10 вкл.	21	7	10,5
Воды природные и сточные			
От 0,5 до 2,5 вкл.	35	12	17,5
Св 2,5 до 10 вкл.	30	11	15
Св 10 до 100 вкл.	26	9,5	13

Таблица 2 – Диапазоны измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазоны измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Воды питьевые		
От 0,5 до 2,5 вкл.	31	42
Св. 2,5 до 10 вкл.	20	29
Воды природные и сточные		
От 0,5 до 2,5 вкл.	34	49
Св. 2,5 до 10 вкл.	31	42
Св. 10 до 100 вкл.	27	36

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

[1] Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2