ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»
В.И.Цуканов
2012 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ ПЕРМАНГАНАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.154-99

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1999 г.
(Издание 2012 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику:

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

Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

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

Разработчик:

Аналитический центр ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35
Телефон: (495) 439 52 13
Факс: (495) 439 13 00

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 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает титриметрическую методику определения перманганатной окисляемости (перманганатного индекса) в диапазоне от 0,25 до 100 мг/дм^3 в расчете на атомарный кислород.

Методика предназначена для анализа проб питьевых (в том числе расфасованных в емкости), природных (в том числе поверхностных и подземных источников водоснабжения) и сточных вод (в том числе очищенных и ливневых). Методика может быть использована для анализа проб воды бассейнов и аквапарков, а также воды горячего водоснабжения.

Методика применима для вод с содержанием хлорид-ионов менее 300 мг/дм^3.

Перманганатная окисляемость – количество кислорода, потребляемое при химическом окислении содержащихся в воде органических и неорганических веществ под действием раствора перманганата калия при нагревании в кислой среде. Поскольку окисляемые неорганические вещества, как правило, в воде присутствуют в незначительных количествах, то принято считать, что перманганатная окисляемость отражает общее содержание в воде органических веществ.

В определенной степени на значение перманганатного индекса могут влиять железо (II), сероводород, нитриты. Если лаборатории необходимо определять по настоящей методике содержание только органических веществ, то необходимо учитывать при расчете окончательного результата содержание восстанавливающих веществ. В этом случае железо (II), сероводород, нитриты определяют отдельно, а результат, пересчитанный на окисляемость, вычитают из найденного значения перманганатной окисляемости. При пересчете исходят из соотношений: 1 мг сероводорода потребляет 0,47 мг атомарного кислорода, 1 мг нитритов — 0,35 мг, 1 мг железа (II) — 0,14 мг.

Обычно в питьевых и природных водах восстановители присутствуют в незначительных количествах и их влиянием на результат определения органических веществ можно пренебречь.

Примечание – Наличие железа (II) и сероводорода в пробе при значениях перманганатного индекса до 2 мг/дм^3 в наибольшей степени может оказать влияние на результат анализа. Такой состав пробы наиболее характерен для подземных вод.

Блок схема проведения анализа приведена в Приложении 1.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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 усло-

вия

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

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 22180-76 Реактивы. Кислота щавелевая. 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

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на окислении органических и неорганических веществ, присутствующих в пробе воды, известным количеством перманганата калия в сернокислой среде при кипячении в течение 10 минут. Не вошедший в реакцию перманганат калия восстанавливают щавелевой кислотой. Избыток щавелевой кислоты оттитровывают раствором перманганата калия.

Для получения достоверных и сравнимых между собой результатов необходимо строго придерживаться условий проведения анализа.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

5.1.1 Бюретка вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 29251, 2 класса точности.

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

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

5.1.3 Воронки стеклянные d = 5 см по ГОСТ 25336.

5.1.4 Государственный стандартный образец (далее ГСО) перманганатной окисляемости воды с погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности P=0,95 не более 1 %.

5.1.5 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501 (далее – вода дистиллированная).

5.1.6 Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

5.1.7 Колбы мерные вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770, 2 класса точности.

5.1.8 Пипетки вместимостью 5; 10; 15; 100 см^3 по ГОСТ 29227, 2 класса точности.

5.1.9 Пипетки с одной меткой вместимостью 100см^3 по ГОСТ 29169, 2 класса точности.

5.1.10 Стеклянные шарики или капилляры.

5.1.11 Установка для перегонки дистиллированной воды, состоящая из перегонной колбы, холодильника и приемной колбы (для дополнительной очистки воды).

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

5.1.13 Цилиндры мерные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770, 2 класса точности.

5.1.14 Часы песочные на 10 мин или таймер.

5.1.15 Электрическая плитка с регулятором температуры, обеспечивающая быстрое достижение температуры в колбах до 96–98 °С с последующим ее поддержанием до окончания кипячения по ГОСТ 14919.

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

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

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).

5.2.2 Перманганат калия, стандарт-титр, С(1/5 $KMnO_4$) (0,1 н, что соответствует 0,02 моль/дм^3) по ТУ 6-09-2540.

5.2.3 Серная кислота, х.ч. по ГОСТ 4204.

5.2.4 Щавелевая кислота, ч.д.а. по ГОСТ 22180 или стандарт-титр, С(½ $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) (0,1 н, что соответствует 0,05 моль/дм^3) по ТУ 6-09-2540.

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

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

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

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

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

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие квалификацию техника-химика или лаборанта-химика и обученные методике.

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 осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593. Пробы отбирают в емкости из стекла. Требуемый объем пробы не менее 0,2 дм^3. Анализ следует проводить как можно быстрее.

9.2 Если проба не может быть проанализирована сразу же после отбора, то допускается её хранение в течение 24 часов при температуре (2 – 10) °С. В случае более длительного хранения (но не больше двух суток) пробу консервируют в лаборатории немедленно после доставки раствором серной кислоты (1:3), исходя из расчета 5 см^3 на 1 дм^3 пробы.

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

– место, дата и время отбора;

– шифр пробы;

– должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка дистиллированной воды

Перед использованием воду проверяют на отсутствие восстановителей. При холостом определении (см. п. 11) расход раствора перманганата калия на титрование не должен превышать 0,5 см^3, в противном случае следует провести процедуру очистки или использовать воду с меньшим содержанием органических соединений.

Для очистки от восстановителей к 1 дм^3 дистиллированной воды добавляют 10 см^3 серной кислоты (1:15) и небольшой избыток (до образования розового цвета) основного раствора перманганата калия, а затем перегоняют. Первую порцию дистиллята объемом 100 см^3 отбрасывают. Перегнанную дистиллированную воду хранят в стеклянной бутыли со стеклянной пробкой.

Подготовленную дистиллированную воду используют для приготовления растворов реактивов и для разбавления проб.

10.2 Подготовка лабораторной посуды для титрования

Конические колбы, применяемые для титрования, используют только для определения перманганатной окисляемости. Новые колбы очищают путем кипячения с подкисленным раствором перманганата калия. Для этого в коническую колбу приливают 100 $см^3$ дистиллированной воды, 5 $см^3$ раствора серной кислоты (1:3) и 20 $см^3$ раствора перманганата калия (0,002 моль/$дм^3$) и кипятят в течение 10 мин. Чистоту посуды проверяют холостым определением (п. 11).

10.3 Приготовление растворов

При приготовлении растворов серной кислоты необходимо соблюдать осторожность. Растворы готовят в вытяжном шкафу, добавляя серную кислоту к дистиллированной воде. Растворы всех реактивов хранят в стеклянных емкостях.

10.3.1 Раствор серной кислоты (1:3)

Прибавляют при перемешивании к 3 объемам дистиллированной воды 1 объем серной кислоты. После охлаждения раствора (приблизительно до 40°С) к нему прибавляют по каплям раствор перманганата калия (0,002 моль/$дм^3$) до слабо-розовой окраски. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.3.2 Раствор серной кислоты (1:15)

К 15 объемам дистиллированной воды при перемешивании добавляют 1 объем серной кислоты. После охлаждения раствора (приблизительно до 40°С) к нему прибавляют по каплям раствор перманганата калия (0,002 моль/$дм^3$) до слабо-розовой окраски. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.3.3 Основной раствор щавелевой кислоты с концентрацией 0,05 моль/$дм^3$

Растворяют (6,30 ± 0,01) г щавелевой кислоты в растворе серной кислоты (1:15) и доводят объем раствора до 1 $дм^3$ этим же раствором кислоты. При приготовлении основного раствора из стандарт-титра содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты (1:15). Срок хранения раствора в темном месте – 6 месяцев при температуре от 2 °С до 10 °С.

10.3.4 Раствор щавелевой кислоты концентрацией 0,005 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ пипеткой с одной меткой наливают 100 $см^3$ раствора щавелевой кислоты (0,05 моль/$дм^3$). Объём доводят до метки раствором серной кислоты (1:15) и перемешивают. Срок хранения раствора – 2 недели при температуре от 2 °С до 10 °С.

10.3.5 Основной раствор перманганата калия концентрацией 0,02 моль/дм^3

При приготовлении основного раствора из стандарт-титра содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Основной раствор используют через 2 недели после приготовления. При этом колбу помещают в темное место и в течение 2 недель ежедневно перемешивают. Раствор стабилен в течение 6 месяцев со дня приготовления при хранении в темном месте при температуре от 2 °С до 10 °С.

10.3.6 Раствор перманганата калия концентрацией 0,002 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 пипеткой с одной меткой наливают 100 см^3 раствора перманганата калия с концентрацией 0,02 моль/дм^3. Объём раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Хранят в склянке из темного стекла. Пригодность раствора проверяют по значению поправочного коэффициента, который устанавливают каждый раз перед использованием раствора (п. 10.4.).

10.4 Установление поправочного коэффициента к раствору перманганата калия

В коническую колбу наливают 100 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 10 см^3 раствора щавелевой кислоты (0,005 моль/дм^3) и 5 см^3 раствора серной кислоты (1:3). Смесь нагревают до кипения и титруют раствором перманганата калия (0,002 моль/дм^3) до слабо-розовой окраски. Поправочный коэффициент (К) для приведения концентрации раствора перманганата калия точно к 0,002 моль/дм^3 рассчитывают по формуле с точностью до третьего знака

$$K = \frac{10}{V},$$

где:

10 – объем раствора щавелевой кислоты (0,005 моль/дм^3), см^3;

V – объем раствора перманганата калия (0,002 моль/дм^3), см^3.

Если поправочный коэффициент (К) раствора отличается от 1,00 больше чем на ± 0,05, то раствор укрепляют, разбавляют или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют раствор перманганата калия с концентрацией 0,02 моль/дм^3.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В колбу помещают 100 см^3 (или меньший её объём, разбавленный дистиллированной водой до 100 см^3) хорошо перемешанной пробы, несколько капилляров или стеклянных шариков, приливают 5 см^3 разбавленной серной кислоты (1:3) и 10 см^3 раствора перманганата калия (0,002 моль/дм^3). Смесь нагревают так, чтобы она закипела не позднее чем через 5 минут, и кипятят

(10 ± 1) мин, закрыв маленькой конической воронкой для уменьшения испарения. Если в процессе кипячения содержимое колбы потеряет розовую окраску или побуреет, то определение повторяют, разбавив исследуемую воду. К горячему раствору немедленно прибавляют 10 $см^3$ раствора щавелевой кислоты (0,005 моль/$дм^3$). Обесцвеченную горячую смесь сразу титруют раствором перманганата калия (0,002 моль/$дм^3$) до слабо-розового окрашивания. Если при титровании пробы расходуется более 7 $см^3$ раствора перманганата калия, то пробу разбавляют и повторяют определение.

Если при анализе предварительно разбавленной пробы на титрование расходуется менее 2 $см^3$ раствора перманганата калия, то определение повторяют с менее разбавленной или неразбавленной пробой.

Холостое определение

Одновременно с каждой серией проб проводят холостое определение, используя 100 $см^3$ дистиллированной воды, которую анализируют так же, как пробу воды. Расход раствора перманганата калия при холостом определении не должен превышать 0,5 $см^3$. В противном случае проводят дополнительную очистку используемой дистиллированной воды и посуды (п. 10.1 и 10.2).

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Значение перманганатной окисляемости, выраженное в расчете на атомарный кислород в мг/$дм^3$, определяют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot C \cdot 8 \cdot 5 \cdot 1000 \cdot K_p}{V},$$

где:

V_1 – объем раствора перманганата калия, израсходованного на титрование исследуемой пробы, $см^3$;

V2 – объем раствора перманганата калия, израсходованного на титрование холостой пробы, $см^3$;

K – поправочный коэффициент к раствору перманганата калия;

C – концентрация раствора перманганата калия, равная 0,002 моль/$дм^3$;

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

K_p – коэффициент разбавления пробы;

8 – атомная масса кислорода;

5 – стехиометрический коэффициент.

Если поправочный коэффициент (К) к раствору перманганата калия имеет значение от 0,995 до 1,005, то при вычислении результатов его можно не учитывать.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколе анализа представляют в следующем виде

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

где $\Delta = 0,01 \times \delta \times X$;

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

Результаты измерений округляют с точностью:

от 0,25 до 1,0	—	0,01 мг/дм^3
от 1,0 до 10	—	0,1 мг/дм^3
от 10 и выше	—	1 мг/дм^3

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

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

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:

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

Значения пределов воспроизводимости (R) приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, %
от 0,25 до 2,0 вкл.	20	28
св. 2,0 до 100 вкл.	8	14

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 Контроль точности результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- при регулярном выполнении анализов контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности и по-

грешности в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725 (часть 6). Образец для контроля готовят с использованием ГСО перманганатной окисляемости и дистиллированной воды. Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

- оперативный контроль точности результатов измерений путем оценки погрешности, например, с использованием образцов для контроля (см. п. 15.2).

15.2 Оперативный контроль точности результатов измерений с применением образцов для контроля

В качестве образцов для контроля используют специально приготовленные растворы в дистиллированной воде с использованием ГСО перманганатной окисляемости.

Контроль 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 перманганатной окисляемости в образце для контроля;

C – аттестованное значение перманганатной окисляемости в образце для контроля.

Норматив контроля $К_н$ рассчитывают по формуле

$$К_н = \Delta_л ,$$

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

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

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

Значения δ приведены в таблице 1.

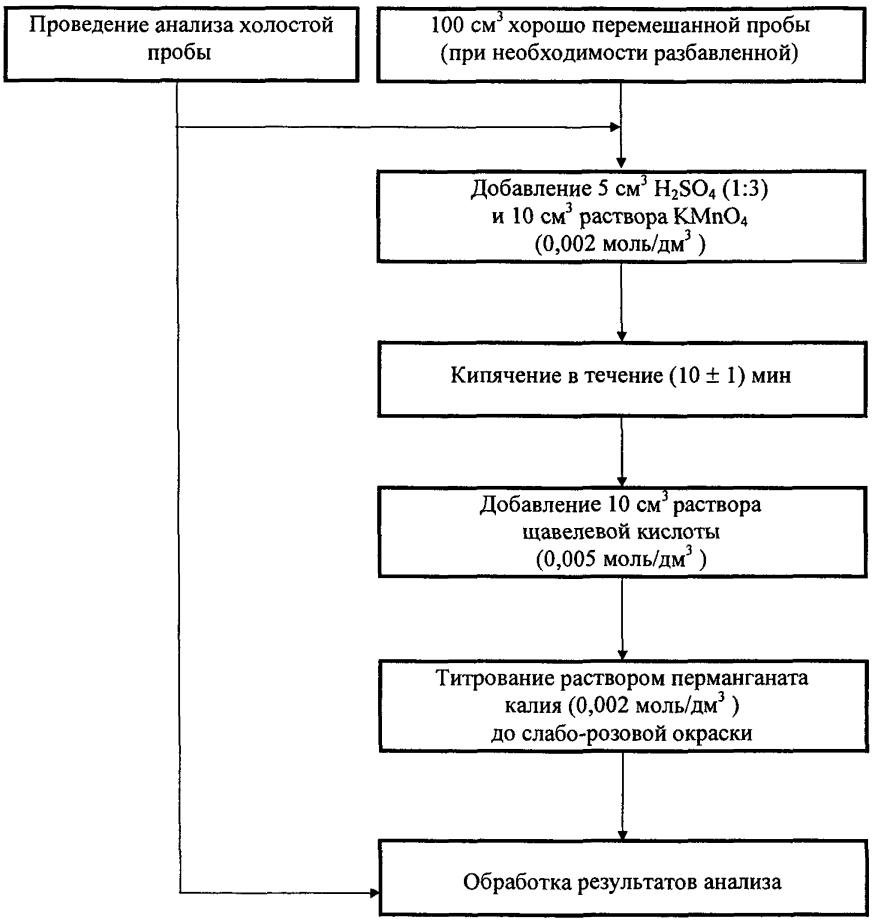
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$К_к \le К_н$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

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

№ 011/01.00301-2010/2012

Методика измерений перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом,

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

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

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.154-99 «Методика измерений перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом» 2012 г., на 11 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: 20.06.2012

МП

125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1, тел. (495) 943-29-44, www.fcao.ru

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-08/003 ФНС РФ) тел.: 646-6056; 608-7617, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 011/01.00301-2010/2012 об аттестации методики измерений перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом на 1 листе

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

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

Таблица 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (при n=2 и P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (при n=2 и P=0,95), R, %
От 0,25 до 2,0 вкл.	20	28
Св. 2,0 до 100 вкл.	8	14

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

gost.e-ecolog.ru