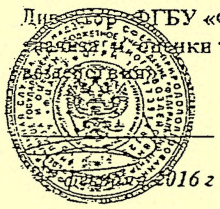
ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ «Федеральный центр
анализа и оценки техногенного



В.В. Новиков
«__» _____ 2016 г

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

# МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ НЕИОНОГЕННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ (СПАВ) В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД НЕФЕЛОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.247-07

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(издание 2016 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации № RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен ПНД Ф предыдущего издания и действует до выхода нового издания.

Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах http: //www.fundmetrology.ru/ в разделе «Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений» и gost.e-ecolog.ru в разделе «Методики анализа».

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

**Разработчик:**

© ЗАО «РОСА», 2007

Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7, стр. 35

Телефон: (495) 502-44-22, телефон/факс: (495) 439-52-13

http:// gost.e-ecolog.ru

e-mail: gost.e-ecolog.ru

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой концентрации неионогенных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в природных и сточных водах нефелометрическим методом. Методика распространяется на следующие объекты анализа: природные пресные (поверхностные и подземные, в том числе источники водоснабжения), воды сточные (производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные).

Примечание – Допускается применение методики для анализа технических вод и атмосферных осадков (дождь, снег, град).

Диапазон измерений массовых концентраций неионогенных синтетических поверхностно-активных веществ составляет от 0,1 до 200 мг/дм$^3$.

Неионогенные синтетические поверхностно-активные вещества — производные полиоксиэтиленов, являются одной из составляющих активной части синтетических моющих средств.

Нефелометрическому определению неионогенных СПАВ с реактивом Несслера мешают белки, сероводород, сульфиды и тиосульфаты, а так же анионоактивные СПАВ, если последние присутствуют в пятикратном избытке по отношению к неионогенным СПАВ. Нитриты в массовой концентрации свыше 0,5 мг/дм$^3$ могут завышать результат анализа на (40 – 100) %.

Мешающее влияние белков, сульфидов, а также частично нитритов и анионных СПАВ устраняют обработкой пробы сульфатом цинка с гидроксидом бария (осветлением) и дальнейшим фильтрованием образовавшегося осадка.

Наиболее полно до (90 – 100) % влияние нитритов можно устранить, добавив к анализируемой пробе перед проведением процедуры осветления раствор сульфаминовой кислоты.

Присутствие взвешенных веществ может исказить результат анализа, поскольку благодаря своим поверхностно-активным свойствам ПАВ частично сорбируются на взвешенных веществах. Влияние содержания взвешенных веществ на результат анализа при определении неионогенных СПАВ не установлено и зависит, по-видимому, от природы взвешенных веществ и неионогенных СПАВ.

Аммоний-ион не мешает определению неионогенных СПАВ.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении А.

Продолжительность анализа одной пробы – 3 часа, серии из 10 проб – 4 часа.

## 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 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4107-78 Реактивы. Бария гидроокись 8-водная. Технические условия.

ГОСТ 4174-77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия.

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб.

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

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

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

ГОСТ Р 55878-2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).

ТУ 6-09-2089-77 Реактив Несслера (калий тетраиодомеркурат (II) в щелочном растворе).

ТУ 6-09-2437-79 Сульфаминовая кислота (амидосульфокислота). Технические условия.

ТУ 6-09-3927-82 Ртуть (II) оксид красная (ртуть (II) окись).

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 измерений с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

**Таблица 1 – Диапазон измерений неионогенных СПАВ, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений**

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$,% | Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, % |
|---|---|---|---|
| от 0,1 до 1,0 вкл. | 14 | 21 | 42 |
| св. 1 до 10 вкл. | 9 | 12,5 | 25 |
| св. 10 до 20 вкл. | 6 | 9,5 | 19 |
| св. 20 до 200 вкл. | 5 | 8,5 | 17 |

## 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения неионогенных СПАВ в воде основан на их взаимодействии с реактивом Несслера в кислой среде с образованием нерастворимых в воде продуктов реакции и последующим измерением интенсивности рассеиваемого под определенным углом светового потока (мутности).

## 5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, стандартные образцы.

### 5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 300 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Дозаторы медицинские лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объ-

ёмом дозирования по ГОСТ 28311.

5.1.3 Мутномер (турбидиметр), например, производства фирмы Hach, модель 2100 P.

5.1.4 Таймер любой модели.

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.

5.1.6 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб и растворов реактивов при температуре (2 – 10) °С.

### 5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Воронка В-56-80 по ГОСТ 25336.

5.2.2 Колбы мерные вместимостью 50; 100; 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

5.2.3 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227, 2 класс точности.

5.2.4 Пипетки с одной отметкой вместимостью 1; 5; 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29169, 2 класс точности.

5.2.5 Стаканы В-1-100; В-1-150; Н-1-600 и В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

5.2.6 Флаконы из темного стекла вместимостью 1000 $см^3$ для хранения растворов реактивов.

5.2.7 Флаконы из стекла с навинчивающимися крышками для отбора и хранения проб вместимостью 250 $см^3$.

5.2.8 Цилиндры вместимостью 25; 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2 класс точности.

### 5.3 Реактивы и материалы

5.3.1 Бария гидроокись 8-водная (гидроксид бария), х.ч. по ГОСТ 4107.

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

5.3.3 Кислота азотная, ос.ч. по ГОСТ 11125.

5.3.4 Кислота соляная, ч.д.а. по ГОСТ 3118.

5.3.5 Кислота сульфаминовая, х.ч. по ТУ 6-09-2437.

5.3.6 Реактив Несслера, ч.д.а. по ТУ 6-09-2089 или набор для приготовления реактива Несслера, состоящий из следующих реактивов:

5.3.7 Калий гидроокись, х.ч. по ГОСТ 24363;

5.3.8 Калий йодистый х.ч. по ГОСТ 4232;

5.3.9 Ртуть окись красная, ч.д.а. по ТУ 6-09-3927.

5.3.10 Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ Р 55878.

5.3.11 Цинк сернокислый 7-водный (сульфат цинка), х.ч. по ГОСТ 4174.

5.3.12 Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678.

### 5.4 Стандартные образцы

Стандартный образец (СО) состава водного раствора неионогенных СПАВ с относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 1% при доверительной вероятности Р = 0,95, например, водный раствор неонола АФ 9-12.

Примечания –

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

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3 Допускается использование оборудования, материалов и реактивов с характеристиками, не хуже, чем у вышеуказанных, в том числе импортных.

## 6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

6.1 При выполнении измерений 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 должна проводиться по ГОСТ 12.004.

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 среднее специальное или высшее образование химического профиля, владеющие техникой нефелометрического анализа и изучившие правила эксплуатации используемого оборудования.

## 8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

| | |
|---|---|
| температура воздуха | (20 – 28) °С; |
| относительная влажность воздуха | не более 80% при 25 °С; |
| напряжение в сети | (220 ± 22) В. |

## 9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

9.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861. Пробы снега отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и переводят в талую воду при комнатной температуре.

9.2 Отбор проб воды осуществляют в емкости из стекла. Объём отбираемой пробы воды – не менее 250 см$^3$. Срок хранения пробы без консервации – не более 3 дней при температуре (2 – 10) °С.

9.3 При отборе проб составляют 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 прибора и оборудования

*10.1.1 Подготовка прибора*

Подготовку мутномера к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и рекомендациями фирмы-производителя.

*10.1.2 Подготовка лабораторной посуды*

Мерные колбы, используемые для анализа, замачивают в растворе моющей смеси (п. 10.2.7) и выдерживают в нем в течение (20 – 30) минут. После этого колбы промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой не менее трех раз.

### 10.2 Приготовление растворов

*10.2.1 Реактив Несслера из набора реактивов*

Для приготовления реактива Несслера в мерной колбе вместимостью 1000 см$^3$ к небольшому количеству дистиллированной воды (~ 250 см$^3$) прибавляют (50,0 ± 0,1) г ртути окиси красной, (150,0 ± 0,1) г калия йодистого, перемешивают содержимое и осторожно прибавляют (116,0 ± 0,1) г гидроокиси калия. После полного растворения содержимого колбы, объём раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Реактив выдерживают перед употреблением в течение недели в темном месте и хранят во флаконе из темного стекла. Срок годности реактива – 3 года при комнатной температуре.

Примечание – Допускается использовать для проведения анализа готовый реактив Несслера (5.3.6).

*10.2.2 Раствор сернокислого цинка массовой доли 10 %*

Растворяют (100 ± 1) г сернокислого цинка в 900 см$^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

*10.2.3 Раствор гидроксида бария массовой доли 5 %*

Растворяют (50,0 ± 0,1) г гидроксида бария 8-водного в 950 см$^3$ дистиллированной воды при перемешивании. Через сутки, после отстаивания, про-

зрачный раствор осторожно сливают в флакон для хранения и плотно закрывают. Срок хранения раствора – 2 месяца при комнатной температуре.

Примечание –Допускается помутнение раствора во время хранения.

*10.2.4 Раствор сульфаминовой кислоты массовой доли 10 %*

(10,0 ± 0,1) г сульфаминовой кислоты растворяют в 90 см$^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

*10.2.5 Основной градуировочный раствор неионогенных СПАВ массовой концентрации 100 мг/дм$^3$*

Основной градуировочный раствор с массовой концентрацией 100 мг/дм$^3$ готовят из ампулы СО в соответствии с инструкцией по его применению. Срок хранения полученного раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

*10.2.6 Рабочий градуировочный раствор неионогенных СПАВ массовой концентрации 10 мг/дм$^3$*

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ пипеткой вносят 10 см$^3$ основного градуировочного раствора, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 7 дней при температуре (2 – 10) °С.

*10.2.7 Моющая смесь этанол : соляная кислота (10:1)*

Смешивают 100 см$^3$ этилового спирта и 10 см$^3$ концентрированной соляной кислоты. Смесь используют для мытья посуды многократно до появления желтой окраски. Окрашенную смесь утилизируют.

Примечание – Допускается при необходимости готовить растворы меньшего или большего объема. Для этого все реактивы следует брать в пропорционально меньших или больших количествах и объемах, используя при этом соответствующую мерную посуду.

**10.3 Установление градуировочной характеристики**

Для установления градуировочной характеристики (метод А) в мерные колбы вместимостью 50 см$^3$ вносят 0 – 0,5 – 1,0 –2,0 – 3,0 – 4,0 – 5,0 см$^3$ рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм$^3$, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовые концентрации неионогенных СПАВ в полученных растворах соответственно равны 0 – 0,10 – 0,20 – 0,40 – 0,60 – 0,80 – 1,0 мг/дм$^3$.

Для установления градуировочной характеристики (метод Б) в мерные колбы вместимостью 50 см$^3$ вносят 0 – 0,5 – 1,0 –2,0 – 3,0 – 4,0 – 5,0 см$^3$ основного градуировочного раствора с массовой концентрацией 100 мг/дм$^3$, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовые концентрации неионогенных СПАВ в полученных растворах соответственно равны 0 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 – 10 мг/дм$^3$.

К 50 см$^3$ каждого градуировочного раствора добавляют 0,6 см$^3$ концентрированной азотной кислоты, перемешивают, добавляют 1 см$^3$ реактива Несслера, снова перемешивают и оставляют на 1 час. После выдержки измеряют мутность. Из значений мутности (NTU) каждого стандартного раствора вычи-

тают значение мутности (NTU) холостой пробы. В качестве холостой пробы используют первый градуировочный раствор.

По результатам измерений строят градуировочные графики зависимости значения мутности (NTU) от массовой концентрации неионогенных СПАВ (мг/дм$^3$) для метода А и для метода Б.

Градуировочную характеристику устанавливают заново при смене партии любого из реактивов, после ремонта мутномера, но не реже 1 раза в квартал.

### 10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов. Градуировочную зависимость считают стабильной, если полученное значение массовой концентрации градуировочного раствора отличается от аттестованного значения не более чем на 15 %.

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

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием того же или других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата от аттестованного значения более чем на 15 % устанавливают новую градуировочную зависимость.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В стакан отбирают (100 – 200) см$^3$ анализируемой пробы. К пробе приливают (из расчета на 100 см$^3$) 0,25 см$^3$ 10 % раствора сульфаминовой кислоты, 2 см$^3$ 10 % раствора сульфата цинка, 5 см$^3$ 5 % раствора гидроксида бария, перемешивают и оставляют до полного осветления приблизительно на (0,5 – 1) час. Далее пробу фильтруют через фильтр «синяя лента».

Отфильтрованную пробу наливают в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ до метки, добавляют реактивы и проводят измерения так же, как описано в п. 10.3. Одновременно проводят измерение значения мутности фона пробы (NTU). Фоном пробы является осветленная и отфильтрованная проба с добавлением концентрированной азотной кислоты из расчета 0,6 см$^3$ на 50 см$^3$ пробы воды.

С каждой серией измерений проводят измерение мутности холостой пробы так же, как описано в п. 10.3.

Если измеренное значение массовой концентрации неионогенных СПАВ превышает верхний предел диапазона линейной градуировочной характеристики (по методу Б), то необходимо разбавить анализируемую пробу дистиллиро-

ванной водой, так чтобы массовая концентрация неионогенных СПАВ в разбавленной пробе попала в этот диапазон, и повторить анализ.

## 12 ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Значение интенсивности рассеиваемого излучения (мутности) анализируемого образца ($I_{ан.обр.}$, NTU) с учетом мутности его фона и холостой пробы рассчитывают по формуле

$$I_{ан.обр.} = (I - I_о - I_ф), \quad (1)$$

где

I – значение интенсивности рассеиваемого излучения анализируемой пробы, NTU;

$I_о$ – значение интенсивности рассеиваемого излучения холостой пробы, NTU;

$I_ф$ – значение интенсивности рассеиваемого излучения фона анализируемой пробы, NTU.

По рассчитанному значению $I_{ан\,обр}$ находят массовую концентрацию неионогенных СПАВ (мг/дм$^3$) по соответствующему градуировочному графику (метод А или метод Б).

Если анализируемый образец предварительно разбавляли, то при расчете массовой концентрации учитывают разбавление, умножая результат, найденный по градуировочному графику, на коэффициент разбавления.

## 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений, как правило, в протоколах анализов представляют в виде:

$$X \pm \Delta;\ мг/дм^3 \qquad (P=0,95),$$

где Δ – характеристика абсолютной погрешности результатов измерений, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X, \quad (2)$$

где δ – значение показателя точности, % (таблица 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при массовой концентрации неионогенных СПАВ

от 0,1 до 1,0 мг/дм$^3$ — 0,01 мг/дм$^3$;

от 1 до 10 мг/дм$^3$ — 0,1 мг/дм$^3$;

от 10 до 100 мг/дм$^3$ — 1 мг/дм$^3$;

свыше 100 мг/дм$^3$ — 10 мг/дм$^3$.

## 14 ПРОВЕРКА 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).

Результаты измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r \qquad (3)$$

Значения предела повторяемости (r) приведены в таблице 2.

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано среднее арифметическое значение результатов двух измерений. При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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).

Результаты измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R \qquad (4)$$

Значения предела воспроизводимости (R) приведены в таблице 2.

При выполнении условия (4) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано среднее арифметическое значение результатов двух измерений. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

**Таблица 2 – Относительные пределы повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95**

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, % |
|---|---|---|
| от 0,1 до 1,0 вкл. | 39 | 59 |
| св. 1 до 10 вкл. | 25 | 35 |
| св. 10 до 20 вкл. | 17 | 27 |
| св. 20 до 200 вкл. | 14 | 24 |

## 15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 В случае регулярного выполнения измерений по методике рекомендуется проводить контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности с помощью контрольных карт в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раз-

дел 6).

Образец для контроля готовят с использованием СО и дистиллированной воды или рабочей пробы воды, не содержащей неионогенные СПАВ. Периодичность контроля, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений 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.).

Образцами для контроля (ОК) являются растворы, приготовленные с использованием СО. Для приготовления ОК используют дистиллированную воду или рабочую пробу воды, не содержащую неионогенные СПАВ.

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ (мг/дм$^3$) рассчитывают по формуле

$$K_к = |X - C|, \quad (5)$$

где

X – результат контрольного измерения массовой концентрации неионогенных СПАВ в образце для контроля, мг/дм$^3$;

С – аттестованное значение массовой концентрации неионогенных СПАВ в образце для контроля, мг/дм$^3$.

Норматив контроля К (мг/дм$^3$) рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_д, \quad (6)$$

где $\Delta_д$ – характеристика абсолютной погрешности аттестованного значения массовой концентрации неионогенных СПАВ в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм$^3$.

Примечание – Допускается $\Delta_д$ рассчитывать по формуле

$$\Delta_д = 0{,}84 \cdot \Delta, \quad (7)$$

где $\Delta$ – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики измерений рассчитанная по формуле (2) для аттестованного значения массовой концентрации неионогенных СПАВ в образце для контроля, мг/дм$^3$.

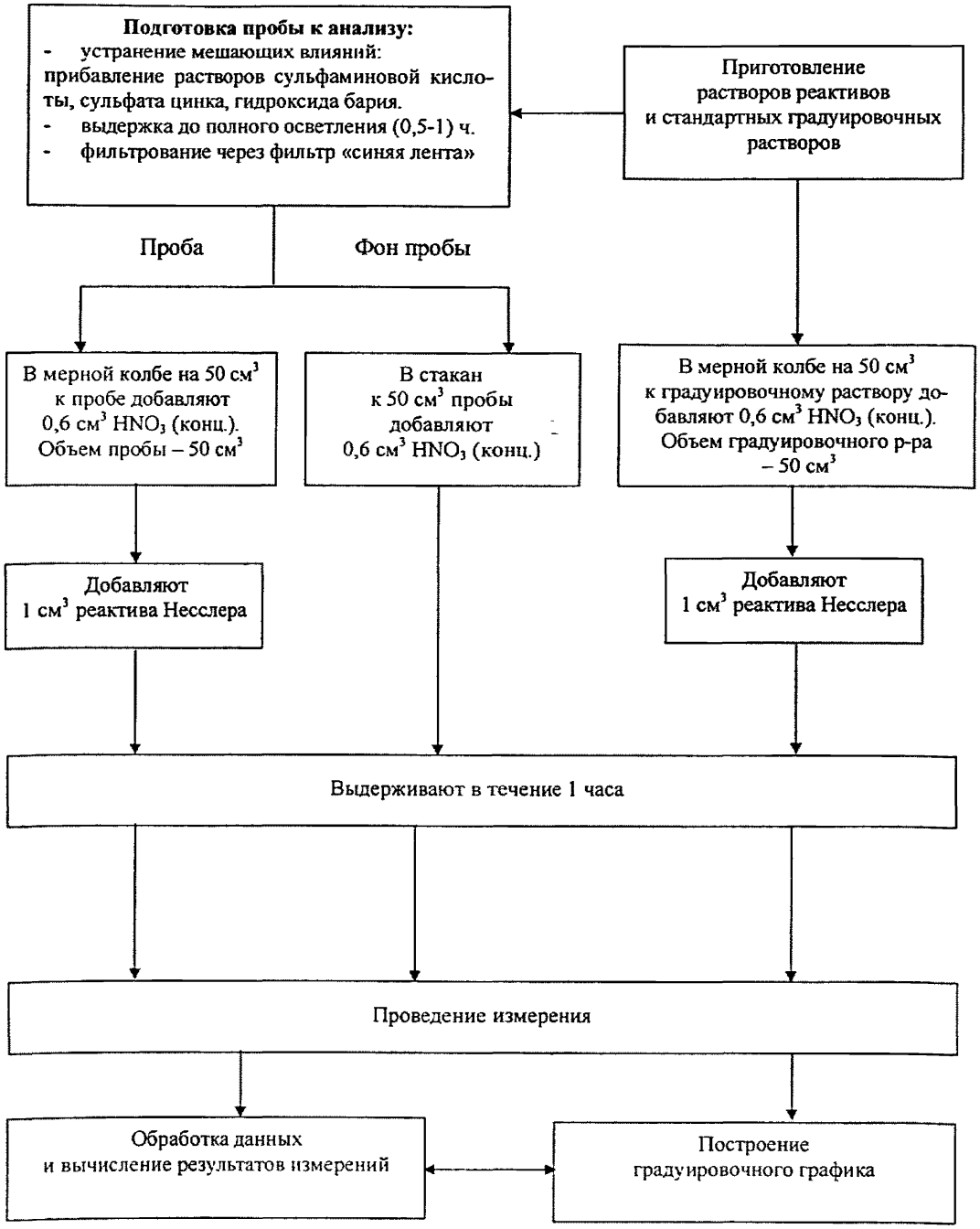
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K. \quad (8)$$

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

## БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ**
**АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ**
**УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК**
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

# СВИДЕТЕЛЬСТВО

## ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

## № 88-16207-017-RA.RU.310657-2016

***Методика измерений массовых концентраций неионогенных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в пробах природных и сточных вод нефелометрическим методом,***

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

предназначенная для контроля состава природных и сточных вод

и регламентированная в документе ПНД Ф 14.1:2.247-07 (издание 2016 г.) «Методика измерений массовых концентраций неионогенных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в пробах природных и сточных вод нефелометрическим методом», утвержденном в 2016 г., на 12 стр.

Методика измерений аттестована в соответствии с ФЗ № 102 от 26 июня 2008 г. «Об обеспечении единства измерений»

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

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства 12 февраля 2016 г.

Начальник АХУ УрО РАН Р.В. Зиновьев

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А.Игнатенкова

Россия, 620990, г. Екатеринбург, ул. Первомайская, 91
Тел./факс (343) 362-33-97

СертиМет

# ПРИЛОЖЕНИЕ

**к свидетельству № 88-16207-017-RA.RU.310657-2016**
об аттестации методики (метода) измерений
массовых концентраций неионогенных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ)
в пробах природных и сточных вод нефелометрическим методом
на 1 листе
**(обязательное)**

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

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

| Диапазон измерений, мг/дм$^3$ | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$, % | Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$ ,% |
|---|---|---|---|
| От 0,1 до 1 включ. | 14 | 21 | 42 |
| Св. 1 до 10 включ. | 9 | 12,5 | 25 |
| Св. 10 до 20 включ. | 6 | 9,5 | 19 |
| Св. 20 до 200 включ. | 5 | 8,5 | 17 |

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН _____ Л.А. Игнатенкова

СертиМет

gost.e-ecolog.ru