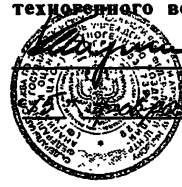
ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



К.А. Сапрыкин

2007 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПОЛИАКРИЛАМИДА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ АДСОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.241-07

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2007 г.

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГУ «ФЦАО»).

Протокол № 2 заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 15 февраля 2007 г.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для определения содержания полиакриламида в пробах природных, сточных вод адсорбционно-фотометрическим методом в диапазоне концентраций от 0,5 до 5 мг/дм^3.

Если массовая концентрация полиакриламида в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация полиакриламида соответствовала регламентированному диапазону.

Если массовая концентрация полиакриламида в анализируемой пробе ниже 0,5 мг/дм^3, то допускается концентрирование пробы путем упаривания.

Определению мешают анионные поверхностно-активные вещества в концентрациях, превышающих 8 мг/дм^3. Мешающее влияние катионов железа, кальция, магния, свинца, меди и цинка устраняют в ходе анализа, добавляя раствор ЭДТА (п.9).

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазоны измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспризводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %
От 0,5 до 1,0 вкл.	7	12	24
Св.1,0 до 5,0 вкл.	5	10	20

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

2 ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на щелочном гидролизе полиакриламида с образованием полиакриловой кислоты, которую адсорбируют на поверхности карбоната кальция из кислой среды с последующим комплексообразованием ее с красителем метиленовым голубым, элюировании сорбированного комплекса водой. Водный раствор фотометрируют при λ=660- 680 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ = 660 - 680 нм
Кюветы с толщиной поглощающего слоя 20 мм
Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г, например, ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
Гири по ГОСТ 7328-2001.
Секундомер, класс 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с.
Колбы мерные вместимостью 1000, 100, 50, $см^3$ по ГОСТ 1770-74.
Пипетки градуированные вместимостью 10; 5; 2; 1; 0,5 $см^3$, по ГОСТ 29227-91.
Цилиндры вместимостью 500; 50; 25; 10 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.
Иономер универсальный ЭВ-74, обеспечивающий измерение pH от 1 до 14.
Центрифуга с частотой вращения 2000-3900 об./мин.
Мешалка магнитная ММ-5 или другого типа.
Баня водяная.

3.2 Посуда

Насос водоструйный по ГОСТ 25336-82.
Эксикатор 2-140 по ГОСТ 25336-82.
Капельница 2-50 по ГОСТ 25336-82.
Воронка Бюхнера с наружным диаметром 65 мм по ГОСТ 9147-80.
Воронка В-75 или 56-80 ХС по ГОСТ 25336-82.
Стаканчик типа СВ-34/12 по ГОСТ 25336-82.
Стакан фарфоровый по ГОСТ 9147-80.
Пробирки центрифужные.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

3.3 Реактивы и материалы

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166-76.
Полиакриламид-гель технический по ТУ 6-01-1049-81.
Метиленовый голубой
Гидроокись натрия по ГОСТ 4328-77.
Тропеолин ОО по ТУ 6-09-4121-75.
Кислота серная по ГОСТ 4204-77.
Кислота серная, стандарт-титр 0,1 М по ТУ 6-09-2540-72.
Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N^{1},N^{1}- тетрауксусной кислоты, 2-х водная (трилон Б) по ГОСТ 10652-73.
Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530-76.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.
Сетка проволочная тканая, по ГОСТ 6613-86 с размером ячеек 0,04 мм.
Фильтр обеззоленный «желтая лента» по ТУ 6-09-1678-86.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

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

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

4.5 Содержание вредных веществ в воздухе помещения не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик аналитик, владеющий техникой экстракционно-фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха (20±5)°С;
- атмосферное давление (84,0-106,7) кПа;
- относительная влажность не более 80 % при t=25°С;
- напряжение сети (220±22) В;
- частота переменного тока (50 ±1) Гц.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

7.1 Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб".

7.2 Воду отбирают в стеклянную посуду с завинчивающейся пробкой в объеме 150 $см^3$. Анализ проводят в день отбора, проба перед проведением анализа должна иметь комнатную температуру.

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

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

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

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка прибора к работе

Подготовку прибора к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

8.2 Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1 Приготовление основного раствора метиленового голубого с концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ М.

Предварительно краситель метиленовый голубой трижды перекристаллизовывают из этилового спирта. Навеску препарата 2,00 г, взвешенного с точностью до второго знака после запятой, растворяют в 50 $см^3$ этилового спирта при нагревании на водяной бане (температура воды от 60 до 70°С). Фильтруют горячий раствор через фильтр «желтая лента». После охлаждения выпадают кристаллы метиленового голубого. Если кристаллы не выпадают, то раствор следует нагреть до испарения части спирта в течение 2-3 минут. Кристаллы отделяют отсасыванием на воронке Бюхнера, а затем вновь растворяют в новой порции этанола для последующей перекристаллизации. После третьей перекристаллизации полученные кристаллы оставляют при комнатной температуре до испарения этанола. Для полного высушивания кристаллы ставят в эксикатор на 2-3 часа в бюксе с открытой крышкой, подсушивая над безводным сульфатом натрия. Хранят в темном прохладном месте в закрытом бюксе.

Для приготовления раствора берут 0,3200 г полученного реактива, взвешенного до четвертого знака, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки. Хранят раствор до внешних изменений в склянке из темного стекла.

8.2.2 Приготовление рабочего раствора метиленового голубого с концентрацией $1 \cdot 10^{-4}$ М.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой приливают 10 $см^3$ основного раствора метиленового голубого, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

8.2.3 Приготовление раствора ЭТДА (трилона Б) с концентрацией 0,1 М.

Навеску 37,20 г трилона Б, взятую с точностью до второго десятичного знака, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор можно использовать в течение 6 месяцев при хранении его в склянке из темного стекла.

8.2.4 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 10%.

Цилиндром отбирают 60 $см^3$ концентрированной серной кислоты и осторожно по палочке приливают к 940 $см^3$ дистиллированной воды, налитой в фарфоровый стакан, перемешивают. Срок хранения 6 месяцев.

8.2.5 Приготовление раствора серной кислоты с концентрацией 0,1 М.

Раствор готовят из стандарт-титра в соответствии с инструкцией по применению. Срок хранения 1 месяц.

8.2.6 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 10%.

10 г гидроксида натрия растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения 1 месяц в полиэтиленовой посуде.

8.2.7 Приготовление раствора тропеолина ОО с массовой долей 0,1%.

Растворяют 0,1 г тропеолина ОО в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Срок хранения 3 месяца при температуре (3-5)°С.

8.2.8 Приготовление раствора азотной кислоты (1:1).

Смешивают равные объемы концентрированной азотной кислоты и дистиллированной воды. Срок хранения 6 месяцев.

8.3 Приготовление градуировочных растворов

8.3.1 Приготовление основного градуировочного раствора полиакриламида с концентрацией 0,5 мг/$см^3$.

Основной раствор готовят из сухого препарата, который получают следующим образом.

а) Навеску геля 8,00 г взвешивают с точностью до второго знака после запятой и растворяют в 92 $см^3$ дистиллированной воды до получения однородного раствора – получают раствор с массовой долей 8%;

б) В стакан, вместимостью 800 $см^3$ цилиндром наливают 400 $см^3$ этилового спирта и осторожно из цилиндра приливают 56 $см^3$ раствора, приготовленного по п. «а». Смесь перемешивают 3-5 минут до образования мелких твердых частиц и выделения нитевидных хлопьев полиакриламида. Твердый полимер отделяют от жидкости с помощью металлической сетки, разрезают мокрые хлопья полимера ножницами на мелкие кусочки, обрабатывая несколькими порциями этанола для удаления влаги. Затем высушивают в течение 3-4 часов при комнатной температуре. Сухой препарат растирают в ступке в порошок. Препарат хранят в закрытом бюксе 6 месяцев.

в) В мерную колбу, вместимостью 1000 $см^3$ вносят 0,5000±0,0027 г полиакриламида, взвешивают с точностью до четвертого знака после запя-

той, приливают 500 см^3 дистиллированной воды и оставляют на 1 сутки для набухания полимера.

Затем полимер перемешивают электромешалкой до получения однородного раствора, доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в закрытой склянке в холодильнике при t = (5-7)°С в течение 1 месяца.

8.3.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора полиакриламида с концентрацией 0,1 мг/см^3.

В мерную колбу, вместимостью 50 см^3 пипеткой приливают 10 см^3 основного стандартного раствора, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор можно хранить при t = 5-7°С в течение 2-х недель.

8.4 Построение градуировочного графика

Условия анализа, его проведение должны соответствовать описанным в пунктах 6 и 9.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочного графика приведены в таблице 2. Погрешность, обусловленная процедурой приготовления образцов для градуировки, не превышает 2,8 %.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

N п/п	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора с концентрацией 0,1 мг/см^3, помещаемая в мерную колбу вместимостью 100 см^3	Массовая концентрация полиакриламида в градуировочных растворах, мг/дм^3
1	0,0	0,0
2	0,5	0,5
3	1,0	1,0
5	2,0	2,0
6	3,0	3,0
7	4,0	4,0
8	5,0	5,0

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. Раствором сравнения служит холостая проба.

При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества, мг/дм^3.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности не мене трех параллельных определений.

По полученным значениям строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность – концентрация полиакриламида, мг/дм^3.

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

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

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

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации полиакриламида в образце для градуировки, мг/дм^3;

C – аттестованное значение массовой концентрации концентрации полиакриламида 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 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 градуи-

ровки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Анализируемую воду перемешивают, фильтруют через фильтр «желтая лента», отбирают мерным цилиндром 50 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$.

В каждую мерную колбу пипеткой приливают 3,5 $см^3$ раствора трилона Б и 1 $см^3$ раствора гидроксида натрия с массовой долей 10%, перемешивают и ставят на 30 минут в кипящую водяную баню. Затем охлаждают в струе холодной водопроводной воды до комнатной температуры, добавляют 3 капли раствора тропеолина ОО, нейтрализуют раствором серной кислоты с массовой долей 10% до первого появления розоватой окраски (цвет будет желто-розовый); приливают 1 $см^3$ раствора серной кислоты с концентрацией 0,5 $моль/дм^3$, доводят до метки дистиллированной водой перемешивают. Полученный раствор должен иметь pH = 2,0-2,15.

Далее проводят сорбцию образовавшейся полиакриловой кислоты на колонке с углекислым кальцием. Колонкой служит стеклянная трубка длиной 20 см и диаметром 1,3 см с пористой пластинкой, снабженная краном. В колонку вносят 1,00 г взвешенного с точностью до второго знака углекислого кальция, смачивают дистиллированной водой, встряхивают несколько раз для получения равномерного слоя, смывая порошок со стенок так, чтобы углекислый кальций равномерно осел на дно колонки. Затем осторожно по стенке пропускают через колонку аликвотную часть 20 $см^3$ со скоростью 2-4 $см^3$/мин. После адсорбции обмывают стенки колонки 5 $см^3$ дистиллированной воды и сразу же при легком отсасывании водоструйным насосом приливают 5 $см^3$ рабочего раствора метиленового голубого (п.8.2.2), не нарушая при этом слой сорбента. Остаток метиленового голубого отсасывают возможно полнее, пока жидкость под стеклянным пористым фильтром не перестанет пениться. Все пропущенные через колонку жидкости отбрасывают.

Закрывают внизу колонки кран, приливают пипеткой 10 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают пробкой, взбалтывают содержимое несколько раз, следя за тем, чтобы не было проскока жидкости в нижнюю часть колонки и пузырьков воздуха. Если такое происходит, анализ необходимо повторить.

После отстаивания раствор сливают через верх колонки в центрифужные пробирки и центрифугируют 5 минут при 3000 об/мин. Измеряют оптическую плотность растворов в кювете толщиной слоя 20

мм при λ = 660-680 нм по отношению к холостой пробе, прошедшей через все стадии анализа.

После каждого определения колонку промывают раствором азотной кислоты (1:1) для удаления остатков метиленового голубого с пористого фильтра. Затем колонку промывают дистиллированной водой.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Концентрацию полиакриламида (Х) в мг/дм^3 рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot K, \text{ где} \qquad (2)$$

С – количество полиакриламида, найденное по градуировочному графику, мг/дм^3;

К – коэффициент разбавления или концентрирования.

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 раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

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 раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 3 - Значения предела повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон 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,%
От 0,5 до 1,0 вкл.	20	34
Св.1,0 до 5,0 вкл.	14	28

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

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

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

$X_{ср}$ – 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.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

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

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

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- *контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).*

12.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

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

где $X'_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации полиакриламида в пробе с известной добавкой, мг/дм^3 – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 10.

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации полиакриламида в исходной пробе, мг/дм^3 – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 10.

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 полиакриламида в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводя-

щие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C |, \qquad (8)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации полиакриламида в образце для контроля, мг/дм^3 – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 10;

C – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (9)$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, установленная в лаборатории, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

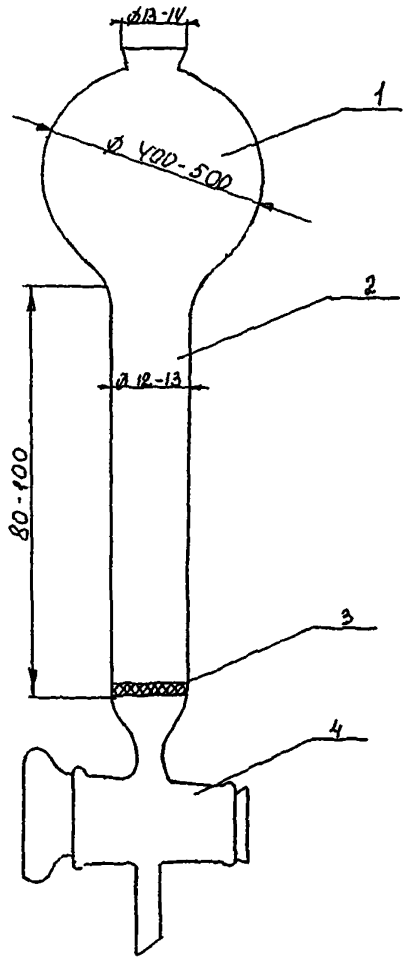


Рисунок 1 – Адсобционная колонка

1 – резервуар; 2 – колонка стеклянная;
3 – платина стеклянная пористая; 4 – кран

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.426/2006

Методика выполнения измерений массовой концентрации полиакриламида в
наименование измеряемой величины; объекта
природных и сточных водах адсорбционно-фотометрическим методом,
и метода измерений
разработанная *ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»*,
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов* по разработке методики выполнения измерений

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе Медведевских

Зав.лабораторией

Дата выдачи: 15.12.2006 г.

Срок действия: 15.12.2011 г.

ЗАО «Петербургский нефтяной терминал»
г. Санкт-Петербург

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
тел. (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

Приложение к свидетельству № 223.1.01.03.426/2006
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации полиакриламида в природных и сточных водах
адсорбционно-фотометрическим методом

1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R%	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ± δ,%
От 0.5 до 1 вкл.	7	12	24
Св.1 до 5 вкл.	5	10	20

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон 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, %
От 0.5 до 1 вкл.	20	34
Св.1 до 5 вкл.	14	28

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223
ФГУП «УНИИМ» Кочергина О.В. Кочергина

gost.e-ecolog.ru