

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

УТВЕРЖДАЮ

**И.о. директора ФБУ «Федеральный
центр анализа и оценки техногенного
воздействия»**



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

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

Инд Ф 14.1:2:4.15-95

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА 1995 г.
(издание 2011 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н.

 В.С. Талисманов

Разработчик:

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)

Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86

Телефон: (495) 943-29-44

Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96

E-mail: info@fcao.ru, www.fcao.ru.

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

1 ВВЕДЕНИЕ

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

Диапазон определяемых концентраций в пересчете на додецилсульфат натрия от 0,01 до 10 мг/дм³.

Если массовая концентрация анионных поверхностно-активных веществ в анализируемой пробе превышает 0,25 мг/дм³, то пробу необходимо разбавлять.

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

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений¹ – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

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

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

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

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

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

3.1 Средства измерений, оборудование и материалы

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

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

3.1.3 Пипетки 1-2-2-5;

1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.

3.1.4 Колбы 2-50-2;

2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.5 Цилиндры 1-25 по ГОСТ 1770-74.

3.1.6 Кюветы с толщиной оптического слоя 30 мм.

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

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

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

3.1.10 Стаканы Н-1 - 1000 ТХС;

Н-2 - 2000 ТХС по ГОСТ 25336-82.

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

3.1.12 Государственный стандартный образец (ГСО) состава анионных ПАВ или

Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора анионных ПАВ.

П р и м е ч а н и я.

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

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

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.2 Реактивы

3.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.2.2 Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198-75.

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

3.2.4 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77.

3.2.5 Метиленовый синий.

3.2.6 Хлороформ по ТУ 6-09-06-4263.

П р и м е ч а н и я.

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

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

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

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

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

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

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

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

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

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст);
относительная влажность не более 80% при температуре 25°C ;
напряжение сети (220 ± 22) В;
частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

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

8.1 Подготовка прибора к работе

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

8.2 Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1 Приготовление нейтрального раствора метиленового синего

На аналитических весах взвешивают 0,35 г метиленового синего, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в таре из темного стекла не более 6 месяцев.

8.2.2 Приготовление кислого раствора метиленового синего

На аналитических весах взвешивают 0,35 г метиленового синего, навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде (примерно 0,5 дм³), добавляют 6,5 см³ концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в таре из темного стекла не более 6 месяцев.

8.2.3 Приготовление фосфатного буферного раствора

На аналитических весах взвешивают 16,3308 г калия фосфорнокислого од-нозамещенного и растворяют в 1200 см³ дистиллированной воды.

На аналитических весах взвешивают 5,04 г гидроксида натрия, растворяют в 630 см³ дистиллированной воды. Оба раствора смешивают.

Срок хранения 3 месяца.

8.3 Приготовление градуировочных растворов АПАВ

8.3.1 Приготовление из ГСО³ основного градуировочного раствора с массовой концентрацией АПАВ 0,1 мг/см³.

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

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

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

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

1 см³ раствора содержит 0,001 мг додецилсульфата натрия.

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа.

8.4 Построение градуировочного графика

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

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

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

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

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

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – величину концентрации АПАВ в мг/дм³.

8.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

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

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|X - C| \leq 0,01 \cdot 1,96 \cdot C \cdot u_{I(ТОЕ)}, \quad (1)$$

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

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

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

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

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

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

8.6 Отбор и хранение проб

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

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

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

АПАВ - неустойчивый компонент, поэтому определение следует проводить вскоре после отбора пробы. Если это невозможно, пробу консервируют прибавлением 2-4 см³ хлороформа на 1 дм³ исследуемой воды и хранят при температуре 3-5°C в течение 2-3 суток.

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

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

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

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Устранение мешающих влияний

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

Сульфиды, полисульфиды и тиосульфаты окисляют добавлением на 100 см³ пробы 10,0 см³ фосфатного буферного раствора и 2,0 см³ с раствора перекиси водорода с массовой долей 20% и выдерживанием пробы в течение 5 минут.

9.2 Ход анализа

100 см³ пробы или меньший ее объем, содержащий 0,01-0,25 мг/дм³ АПАВ, доведенный до 100 см³ дистиллированной водой, помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, прибавляют 10 см³ фосфатного буферного (рН=10) раствора, 5 см³ раствора метиленового синего (нейтрального). Содержимое воронки перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют 8 см³ хлороформа, смесь энергично встряхивают в течение 1 мин и дают постоять 1 мин до полного разделения слоев. Затем сливают хлороформный экстракт в такую же делительную воронку, в которую предварительно наливают 110 см³ дистиллированной воды и 5 см³ кислого раствора метиленового синего. В первую воронку добавляют 5 см³ хлороформа, взбалтывают в течение 1 мин и хлороформный экстракт также сливают во вторую делительную воронку. Третью экстракцию проводят аналогич-

ным способом с 4 см³ хлороформа. Затем содержимое второй воронки встряхивают в течение 1 мин и оставляют до разделения слоев. Экстракт сливают в пробирку через воронку с кусочком ваты для отделения мути и измеряют оптическую плотность при длине волны $\lambda=650$ нм (красный светофильтр) в кюветах с толщиной оптического слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию АПАВ, X (мг/дм³) в пробах рассчитывают по формуле:

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

где a - массовая концентрация анионных поверхностно-активных веществ, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

100 - объем, до которого доводится проба, см³;

V - объем пробы, взятый для анализа, см³.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm 0,01 \cdot U \cdot X$, мг/дм³,

где X - результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10, мг/дм³;

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

Значение U приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm 0,01 \cdot U_{\text{л}} \cdot X$, мг/дм³, $P=0,95$, при условии $U_{\text{л}} < U$, где $U_{\text{л}}$ - значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

П р и м е ч а н и е.

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

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

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

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

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

12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | X'_{cp} - X_{cp} - C_d |, \quad (3)$$

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

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

C_d – величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2 \sqrt{\sigma_{I(ТОЕ)_{X'_{cp}}}^2 + \sigma_{I(ТОЕ)_{X_{cp}}}^2}, \quad (4)$$

где $\sigma_{I(ТОЕ)_{X'_{\Phi}}}^2, \sigma_{I(ТОЕ)_{X_{\Phi}}}^2$ - стандартные отклонения промежуточной прецизионности,, соответствующие массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно, мг/дм³.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (5)$$

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

12.3 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | C' - C |, \quad (6)$$

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

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{I(ТОЕ)}, \quad (7)$$

где $\sigma_{I(ТОЕ)}$ - стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ в образце для контроля, мг/дм³.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (8)$$

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

13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ДВУХ ЛАБОРАТОРИЯХ

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

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

Диапазон измерений, (АПАВ в пересчете на до- децилсульфат натрия), мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхожде- ния между двумя результатами измерений, полу- ченными в разных лабораториях), R, %
От 0,01 до 0,10 включ.	48
Св. 0,10 до 0,5 включ.	27
Св. 0,5 до 10 включ.	22

При превышении предела воспроизводимости могут быть использо-
ваны методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разде-
ла 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(информационное)

Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Оцен-ка типа	Стандартная относительная неопределенность ⁴ , %		
		(от 0,01 - 0,10) мг/дм ³	(св. 0,10 - 0,5) мг/дм ³	(св. 0,5 - 10) мг/дм ³
Приготовление градуировочных растворов, u_1 , %	В	2,8	2,8	2,8
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_2 , %	В	2,2	1,5	1,5
Подготовка проб к анализу, u_3 , %	В	2,5	2,5	2,5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости ⁵ , $u_r(\sigma_r)$, %	А	12	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности ⁴ , $u_{I(ТОЕ)}(\sigma_{I(ТОЕ)})$, %	А	15	9	7
Стандартное отклонение измерений полученных в условиях воспроизводимости, $u_R(\sigma_R)$, %	А	17	10	8,5
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		18	10	8
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при $k = 2$, %		36	20	16
П р и м е ч а н и я: 1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений. 2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.				

⁴ Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

⁵ Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Приготовление градуировочных растворов АПАВ из додецилсульфата натрия

Б.1 Приготовление основного градуировочного раствора АПАВ (анионоактивных) с массовой концентрацией 0,1 мг/см³

На аналитических весах взвешивают 0,100 г додецилсульфата натрия. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 1 см³ хлороформа. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 0,5 мг додецилсульфата натрия.

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

Б.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора АПАВ с массовой концентрацией 0,001 мг/см³

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

1 см³ раствора содержит 0,001 мг додецилсульфата натрия.

Раствор готовят непосредственно перед проведением измерений.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 005/01.00301-2010/2011

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

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

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

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

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 листах.

И.о. директора ФБУ «ФЦАО»

С.А. Хахалин

Дата выдачи: 15.03.2011



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

ПРИЛОЖЕНИЕ

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

на 2 листах

1 Показатели точности измерений¹ приведены в таблице 1

Т а б л и ц а 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

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

2 Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ

Т а б л и ц а 2 – Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ

Источник неопределенности	Оцен-ка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		(от 0,01 – 0,10) мг/дм ³	(св. 0,10 – 0,5) мг/дм ³	(св. 0,5 – 10) мг/дм ³
Приготовление градуировочных растворов, u_1 , %	В	2,8	2,8	2,8
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_2 , %	В	2,2	1,5	1,5
Подготовка проб к анализу, u_3 , %	В	2,5	2,5	2,5
Стандартное отклонение результатов змерений, полученных в условиях повторяемости ³ , u_r (σ_r), %	А	12	7	5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности ³ , $u_{(пов)}$ ($\sigma_{(пов)}$), %	А	15	9	7
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, u_R (σ_R), %	А	17	10	8,5
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		18	10	8
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при $k = 2$, %		36	20	16
П р и м е ч а н и я. 1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений. 2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.				

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

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

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

ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

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

на 2 листах

3 Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Таблица 3 - Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

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

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



Т.Н. Попова

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