

**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»

 **М. И. Цветков**
“21” **2003 г.**

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

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

ПНД Ф 14.1:2:4.194-03

(ФР.1.31.2007.03803)

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА 2003 г.
(издание 2008 г.)**

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает фотометрическую методику количественного химического анализа проб питьевых, природных и сточных вод для определения неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) при массовой концентрации от 0,5 до 10,0 мг/дм³ в присутствии анионоактивных ПАВ.

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

Избавление от мешающего влияния анионоактивных ПАВ описано в п.9.

1 ПРИНЦИП МЕТОДА

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

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

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

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

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm\delta$, %
Воды питьевые			
от 0,5 до 2,5 вкл.	11	15	30
св. 2,5 до 10 вкл.	7	10,5	21
Воды природные, сточные			
от 0,5 до 1,0 вкл.	12	17,5	35
св. 1,0 до 10 вкл.	11	15	30

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

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

Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм.

Весы лабораторные общего назначения, например ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.

ГСО с аттестованным содержанием НПАВ с погрешностью не более 1% при $P=0,95$.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 см³ по ГОСТ 1770-74.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227-91.

Цилиндры (мензурки) вместимостью 25, 100, 500, 1000 см³ по ГОСТ 1770-74.

Баня водяная.

3.2 Посуда

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

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

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные ВД-1-50(250) ХС по ГОСТ 25336-82.

Колбы конические Кн-2-100(250, 500) ХС по ГОСТ 25336-82.

Часы песочные на 1 и 3 мин или

Часы сигнальные лабораторные по ТУ 25-07-1268-77.

Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 29225-91.

Колонки ионообменные 300х25 с одноходовым краном.

Бутыли или склянки для отбора проб и хранения растворов.

3.3 Реактивы и материалы

Кислота фосфорномолибденовая по ТУ 6-09-3540-78.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067-86.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159-76.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-4530-77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Хлороформ по ГОСТ 20015-88.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Вата медицинская по ГОСТ 5556-81.

Примечания. 1. Допускается применять средства измерений, устройства, материалы, отличные от указанных, но не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

2. Все реактивы, используемые для анализа, 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 работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях.

Температура окружающего воздуха	$(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.
Атмосферное давление	$(84-106)$ кПа.
Относительная влажность	не более 80% при $t=25^\circ\text{C}$.
Частота переменного тока	(50 ± 1) Гц.
Напряжение в сети	(220 ± 22) В.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

7.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ Р 51593-2000 «Вода питьевая. Отбор проб».

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

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

7.4 Пробы воды (объем не менее 500 см³) отбирают в стеклянные бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой.

7.5 Пробы анализируют в день отбора или консервируют 2-4 см³ хлороформа на 1 дм³ пробы или 40% раствором формальдегида и хранят при t=2-5 °С в течение 1 месяца.

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

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

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

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка прибора

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

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление 10% раствора фосфорномолибденовой кислоты

Навеску 10,0 г фосфорномолибденовой кислоты помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды при нагревании. После охлаждения, выпавшую избыточную кислоту не отфильтровывают, а дают ей отстояться. Раствор становится непригодным при изменении желтой окраски на зеленую.

8.2.2 Приготовление 10% раствора аммония роданистого

Навеску 10,0 г аммония роданистого помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды.

8.2.3 Приготовление 10% раствора гидразина дигидрохлорида

Навеску 10,0 г гидразина дигидрохлорида помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды.

8.2.4 Приготовление 10% раствора гидроксида натрия

Навеску 10,0 г натрия гидроксида помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор пригоден для использования до образования хлопьев.

8.2.5 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

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

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

8.2.6 Приготовление 0,1% раствора фенолфталеина

Навеску 0,1 г фенолфталеина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки 96% этиловым спиртом.

Раствор хранят до внешних изменений в склянке из темного стекла.

8.2.7 Приготовление основного градуировочного раствора НПАВ

Раствор готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. В 1 см³ раствора должно содержаться 0,1 мг НПАВ.

Срок хранения раствора 3 месяца.

8.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией НПАВ 0,5-10,0 мг/дм³. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п.6 и 10.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Но- мер об- разца	Аликвотная часть градуировочного раствора НПАВ с концентрацией 0,1 мг/см ³ , помещаемая в мерную колбу вместимостью 100 см ³ , см ³	Массовая концентрация НПАВ в градуировоч- ных растворах, мг/дм ³
1	0,0	0,0
2	0,5	0,5
3	1,0	1,0
4	2,0	2,0
5	3,0	3,0
6	5,0	5,0
7	7,0	7,0
8	10,0	10,0

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочных графиков каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуиро-

вочных графиков по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм³.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в квартал и при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведённых в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

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

где X - результат контрольного измерения содержания НПАВ в образце для градуировки, мг/дм³;

C - аттестованное значение массовой концентрации НПАВ в образце для градуировки, мг/дм³;

σ_{R_x} - 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: $\sigma_{R_x} = 0,84 \sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

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

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

8.5 Подготовка анионита

Взвешивают 50 г сухого анионита ЭДЭ-10П или АВ-17, помещают в стакан, заливают 10% раствором гидроксида натрия и выдерживают 2 часа. Далее переносят анионит в стеклянную колонку, промывают водой до нейтральной реакции по фенолфталеину, затем 50 см³ этилового спирта и снова дистиллированной водой. Подготовленный анионит помещают в стеклянную колонку, снабженную краном, и заливают его дистиллированной водой так, чтобы вода покрывала анионит. Подготовленный анионит до использования следует держать в дистиллированной воде.

9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Устранение мешающего влияния анионоактивных ПАВ проводят при любом их содержании в анализируемой воде. Берут 100 см³ исследуемой воды (или меньший объем, доведенный до 100 см³) с содержанием НПАВ в воде от 0,5 до 10,0 мг/дм³. Пропускают через колонку с анионитом со скоростью 3-4 см³/мин, собирая элюат в стакан вместимостью 300 см³. Скорость пропускания воды контролируют с помощью песочных часов на 1 мин. Затем колонку промывают 50 см³ этилового спирта и 25 см³ дистиллированной воды. Элюаты объединяют, и спирт выпаривают на водяной бане, контролируя уменьшение объема (до 125 см³).

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Исследуемую воду переносят в делительную воронку на 250 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты (1:1), 10 см³ хлороформа и экстрагируют в течение 3 минут. После отстаивания сливают хлороформный экстракт в делительную воронку на 50 см³. Экстракцию повторяют с новой порцией (10 см³) хлороформа. Экстракты объединяют, добавляют 0,2 см³ раствора соляной кислоты (1:1), 0,2 см³ 10% раствора фосфорномолибденовой кислоты, 0,5 см³ 10% раствора роданида аммония и 1 см³ 10% раствора гидразина дигидрохлорида. Содержимое воронки встряхивают в течение 3-х минут и после отстаивания хлороформный слой сливают через слой ваты, смоченной хлороформом, в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³. Вату промывают хлороформом и доводят им объем до 25 см³. Одновременно проводят «холостой опыт» с дистиллированной водой. Свето-

поглощение хлороформных экстрактов устанавливается через 15 минут после их приготовления и стабильно в течение часа. Измеряют оптическую плотность экстрактов при $\lambda=470$ нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм на фоне «холостой пробы».

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат параллельного определения – содержания НПАВ (X , мг/дм³) в анализируемой пробе в пересчете на стандартный образец вычисляют по формуле:

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

где C – массовая концентрация НПАВ, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V – объем пробы, взятой для определения, см³;

100 – объем, до которого разбавлена проба, см³.

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

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

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

Таблица 3 - значения предела повторяемости при вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
Воды питьевые	
от 0,5 до 2,5 вкл.	31
св. 2,5 до 10 вкл.	20
Воды природные, сточные	
от 0,5 до 1 вкл.	34
св. 1 до 10 вкл.	31

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.

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 4.

Таблица 4 - значения предела воспроизводимости при вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Воды питьевые	
от 0,5 до 2,5 вкл.	42
св. 2,5 до 10 вкл.	29
Воды природные, сточные	
от 0,5 до 1 вкл.	49
св. 1 до 10 вкл.	42

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

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа X , мг/дм³ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, $P=0,95$,

где Δ - показатель точности методики.

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

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

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

$\pm \Delta_{\text{л}}$ - 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).

13 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).

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле

$$K_k = | X'_{cp} - X_{cp} - C_0 |, \quad (5)$$

где X'_{cp} – результат анализа массовой концентрации НПАВ в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11.

X_{cp} – результат анализа массовой концентрации НПАВ в исходной пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4) раздела 11.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{\lambda, X'_{cp}}^2 + \Delta_{\lambda, X_{cp}}^2}, \quad (6)$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \quad (7)$$

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

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



1918

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.17 / 2008

Методика выполнения измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом в присутствии анионоактивных ПАВ (АПАВ),
наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений
разработанная Центром лабораторного анализа и технических измерений по
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ
Приморскому краю – Филиал ФГУ «Центр лабораторного анализа и технических измерений по Дальневосточному федеральному округу»,
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ,
по разработке методики выполнения измерений
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.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

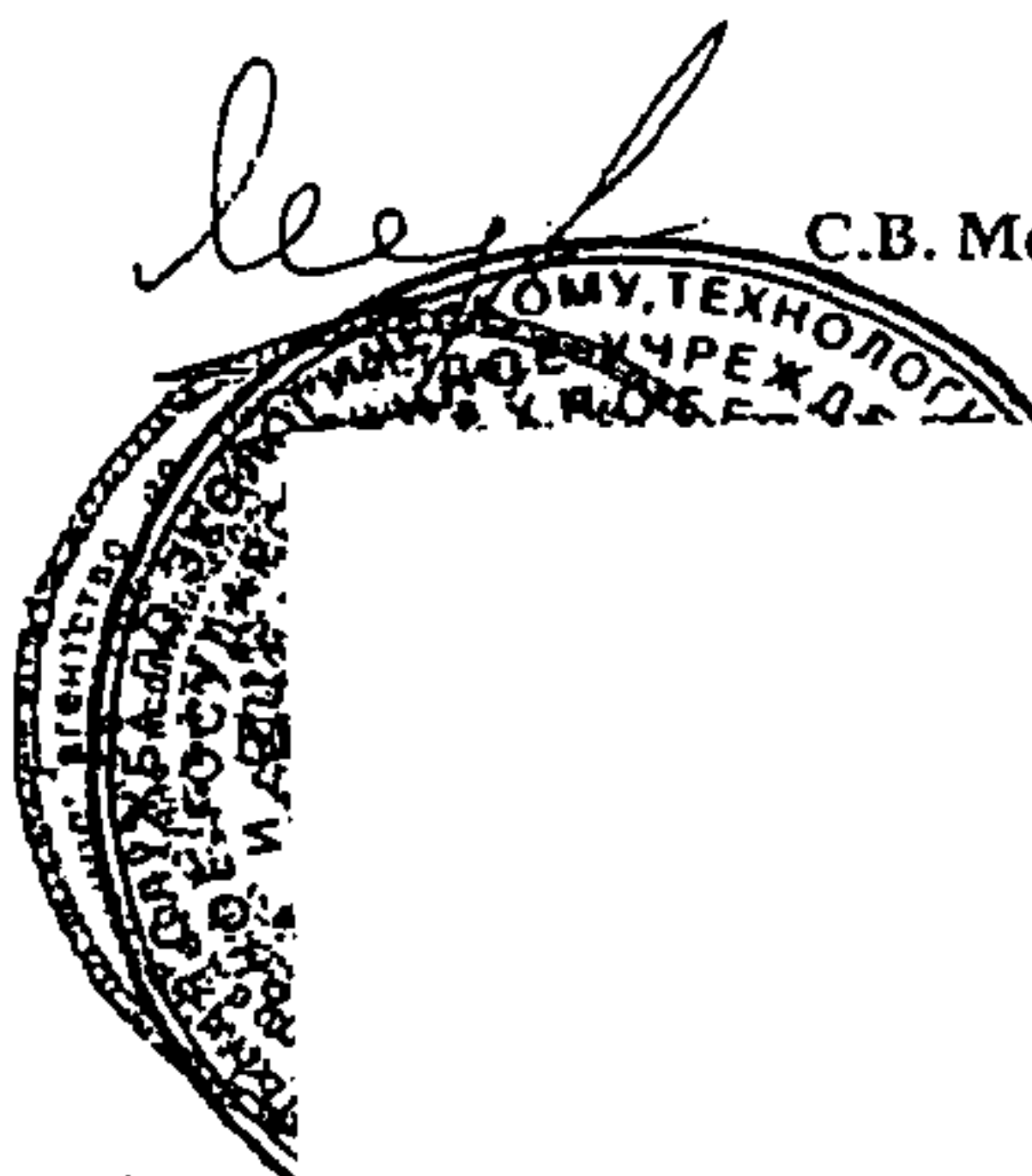
Зав. лабораторией

Дата выдачи:

04.04.2008

Срок действия:

04.04.2013



С.В. Медведевских

**Приложение к свидетельству № 223.1.01.03.17 / 2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ)
в питьевых, природных и сточных водах экстракционно-фотометрическим методом
в присутствии анионоактивных ПАВ (АПАВ)**

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 $P=0.95$), $\pm \delta$, %
Воды питьевые			
от 0.5 до 2.5 вкл.	11	15	30
св. 2.5 до 10 вкл.	7	10.5	21
Воды природные, сточные			
от 0.5 до 1 вкл.	12	17.5	35
св. 1 до 10 вкл.	11	15	30

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 , %
Воды питьевые		
от 0.5 до 2.5 вкл.	31	42
св. 2.5 до 10 вкл.	20	29
Воды природные, сточные		
от 0.5 до 1 вкл.	34	49
св. 1 до 10 вкл.	31	42

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