

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ****УТВЕРЖДАЮ****Директор ФГУ «Федеральный центр  
анализа и оценки техногенного  
воздействия»****К.А. Сапрыкин****«16» июля 2007 г.****КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД  
МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ 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****2007 г.****Методика внесена в ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР МЕТОДИК  
КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ СОСТОЯНИЯ  
ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ, ДОПУЩЕННЫХ ДЛЯ  
ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И МОНИТОРИНГА  
(ПНД Ф) на основании протокола заседания Научно-технического совета.****Заместитель директора ФГУ «ФЦАО»  
- председатель НТС, к.т.н.****А.В. Лебедев**

Настоящий нормативный документ устанавливает методику нефелометрического определения неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в природных и сточных водах в диапазоне концентраций от 0,1 до 20 мг/дм<sup>3</sup>. Допускается анализ сточных вод с более высоким содержанием НПАВ (до 1000 мг/дм<sup>3</sup>) с предварительным разбавлением пробы, но не более, чем в 100 раз.

Неионогенные поверхностно-активные вещества - производные полиоксиэтиленов, являются одной из составляющих активной части синтетических моющих средств. ПДК в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

Нефелометрическому определению НПАВ с реактивом Несслера мешают белки, сероводород, сульфиды и тиосульфаты, а так же анионоактивные СПАВ, если последние присутствуют в пятикратном избытке по отношению к НПАВ. Нитриты в концентрации свыше 0,5 мг/см<sup>3</sup> 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 НПАВ не установлено и зависит, по-видимому, от природы взвешенных веществ и НПАВ.

Аммоний-ион не мешает определению НПАВ.

Блок-схема анализа приведена в приложении 1.

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

## 1. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

### Значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), $\pm\delta_c$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), $\pm\delta$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	16	23	15	48
св. 1 до 10 вкл.	9	12	8	25
св. 10 до 20 вкл.	6	9	7	19

## 2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения НПАВ 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, излучения (мутности).

### 3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ СРЕДСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

#### 3.1. Средства измерений

3.1.1 Весы аналитические по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,0001 г.

3.1.2 Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

3.1.3 Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227.

3.1.4 Пипетки с одной отметкой вместимостью 1, 5, 10, 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169.

3.1.5 Нефелометр (мутномер), производства фирмы Nach, модель 2100А или/и 2100 AN IS.

3.1.6 Государственный стандартный образец состава НСПАВ.

3.1.7 Цилиндры вместимостью 25, 100, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Допускается использование других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.



### 3.2. Вспомогательное оборудование и материалы

3.2.1 Воронка В-56-80 по ГОСТ 25336.

3.2.2 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или деионизованной степени чистоты 2 по ИСО 3696.

3.2.3 Стаканы В-1-100, В-1-150, Н-1-600, В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336.

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

3.2.5 Флаконы из темного стекла вместимостью 1000 см<sup>3</sup> для хранения реактивов.

3.2.6 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре 2 - 5 °С.

Допускается использование других вспомогательных устройств с техническими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

### 3.3. Реактивы

3.3.1 Азотная кислота, о.с.ч. по ГОСТ 11125.

3.3.2 Бария гидроксид октагидрат (гидроксид бария), х.ч. по ГОСТ 4107.

3.3.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная по ИСО 3696 (2-ой степени чистоты).

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

- Калий гидроксид, х.ч., по ГОСТ 24363;

- Калий йодистый х.ч., по ГОСТ 4232;

- Ртуть окись (фасная, ч.д.а. по ТУ 6-09-3927.

3.4.6 Соляная кислота, ч.д.а. по ГОСТ 3118.

3.4.7 Сульфаминовая кислота, ч.д.а., по ТУ 6-09-2437.

3.4.8 Цинк серноокислый 7-водный, (сульфат цинка), х.ч. по ГОСТ 4174.

3.4.9 Этиловый спирт, (этанол), по ГОСТ 18300.

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации или импортные аналоги.

## 4 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4.2. При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда должна проводиться по ГОСТ 12.1.004.

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

## 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, владеющих техникой нефелометрического анализа.

## 6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура воздуха

(20 ± 5) °С

влажность воздуха

не более 80 % при t = 25 °С

частота переменного тока

(50 ± 1) Гц

напряжение в сети

(220 ± 22) В.



## 7 ОТБОР ПРОБ

Пробы отбирают по ГОСТ Р 51592 «Вода. Общие требования к отбору проб». Пробы не консервируют. Объем пробы не менее 0,5 дм<sup>3</sup>. Срок хранения пробы не более 3 дней при температуре 2 - 5 °С.

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

- место, дата и время отбора;
- цель анализа (определяемый показатель);
- шифр пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу.

## 8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 8.1. Подготовка прибора и оборудования

#### 8.1.1. Подготовка нефелометра (мутномера)

Подготовку нефелометра (мутномера) к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

#### 8.1.2. Подготовка посуды

Мерные колбы, используемые для анализа, замачивают в растворе моющей смеси этанол:соляная кислота (по п. 8.2.7.) и выдерживают в нем в течение 20 - 30 минут. После этого колбы промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой не менее трех раз.

### 8.2. Приготовление растворов

#### 8.2.1. Приготовление реактива Несслера из набора реактивов

Для приготовления реактива Несслера в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> к небольшому количеству дистиллированной воды (~ 250 см<sup>3</sup>) прибавляют 50 г ртути окиси красной, 150 г калия йодистого, перемешивают содержимое и осторожно прибавляют 116 г гидроокиси калия. После полного растворения содержимого колбы, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Реактив выдерживают перед употреблением в течение недели, хранят во флаконе из темного стекла. Срок годности реактива 3 года.

#### 8.2.2. Цинк сернокислый, 10 % раствор

Растворяют 100 г сернокислого цинка в 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора 6 месяцев.

#### 8.2.3. Гидроксид бария, 5 % раствор

Растворяют 50 г гидроксида бария в 950 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора 2 месяца.

#### 8.2.4. Сульфаминовая кислота, 10 % раствор

10 г сульфаминовой кислоты растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора 6 месяцев.

#### 8.2.5. НПАВ, основной градуировочный раствор с концентрацией 100 мг/дм<sup>3</sup>

Основной градуировочный раствор с концентрацией 100 мг/дм<sup>3</sup> готовят из ампулы ГСО в соответствии с инструкцией по его применению. Срок хранения полученного раствора 1 месяц при температуре 2 - 5 °С.

#### 8.2.6. НПАВ, рабочий градуировочный раствор с концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 10 см<sup>3</sup> основного градуировочного раствора, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 7 дней при температуре 2 - 5 °С.

#### 8.2.7. Моющая смесь этанол:соляная кислота, 10:1



Смешивают 100 см<sup>3</sup> этилового спирта и 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Смесь используют для мытья посуды многократно до появления желтой окраски. Окрашенную смесь утилизируют.

### 8.3. Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики (метод А) в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0 - 0,5 - 1,0 - 2,0 - 3,0 - 4,0 - 5,0 см<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора с концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Концентрации НПАВ в полученных растворах соответственно равны 0 - 0,1 - 0,2 - 0,4 - 0,6 - 0,8 - 1,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Для установления градуировочной характеристики (метод Б) в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0 - 0,5 - 1,0 - 2,0 - 3,0 - 4,0 - 5,0 см<sup>3</sup> основного градуировочного раствора с концентрацией 100 мг/дм<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Концентрации НПАВ в полученных растворах соответственно равны 0 - 1 - 2 - 4 - 6 - 8 - 10 мг/дм<sup>3</sup>.

К 50 см<sup>3</sup> каждого раствора добавляют 0,6 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, перемешивают, добавляют 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера, снова перемешивают и оставляют на 1 час. После выдержки измеряют мутность на нефелометре. Из значений мутности (NTU) каждого стандартного раствора вычитают значение мутности (NTU) холостой пробы. В качестве холостой пробы используют первый градуировочный раствор.

По результатам измерений строят градуировочный график зависимости значения мутности (NTU) от концентрации НПАВ (мг/дм<sup>3</sup>).

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

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

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

Если градуировочная зависимость нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее 2-х других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата от аттестованного значения более чем на 15 % строят новую градуировочную зависимость.

## 9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В стакан отбирают 100 - 200 см<sup>3</sup> анализируемой пробы. К пробе приливают (из расчета на 100 см<sup>3</sup>) 0,25 см<sup>3</sup> 10 % раствора сульфаминовой кислоты, 2 см<sup>3</sup> 10 % раствора сульфата цинка, 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> до метки, добавляют реактивы и проводят измерения так же, как описано в п.п. 8.3. Одновременно проводят измерение значения мутности фона пробы (NTU). Фоном пробы является осветленная и отфильтрованная проба с добавлением азотной кислоты из расчета 0,6 см<sup>3</sup> на 50 см<sup>3</sup> пробы воды.

С каждой серией измерений проводят измерение мутности холостой пробы так же, как описано в п.п. 8.3.



**Примечание:** В случае, если требуется разбавление анализируемой пробы, то допускается разбавлять осветленную и отфильтрованную пробу.

### 10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Значение интенсивности рассеиваемого излучения (мутности) анализируемого образца с учетом мутности его фона и холостой пробы рассчитывают по формуле:

$$I_{\text{ан.обр.}} = (I - I_0 - I_{\text{ф}}),$$

где I - значение интенсивности рассеиваемого излучения анализируемой пробы, NTU;

I<sub>0</sub> - значение интенсивности рассеиваемого излучения холостой пробы, NTU;

I<sub>ф</sub> - значение интенсивности рассеиваемого излучения фона анализируемой пробы, NTU.

Концентрацию НПАВ (мг/дм<sup>3</sup>) находят по градуировочному графику.

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

### 11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

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

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

значение характеристики погрешности

Результаты измерений округляют с точностью:

При содержании от 0,1 до 1 мг/дм<sup>3</sup> вкл. - 0,01 мг/дм<sup>3</sup>

При содержании св. 1 до 10 мг/дм<sup>3</sup> вкл. - 0,1 мг/дм<sup>3</sup>

При содержании св. 10 до 100 мг/дм<sup>3</sup> вкл. - 1 мг/дм<sup>3</sup>

При содержании свыше 100 мг/дм<sup>3</sup> - 10 мг/дм<sup>3</sup>

### 12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 2.

12.2. Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

Таблица 2

#### Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	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 0,1 до 1,0 вкл.	45	64
св. 1 до 10 вкл.	25	34
св. 10 до 20 вкл.	17	25



### 13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности погрешности и среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности).

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур (с использованием метода добавок, с использованием образцов для контроля и т.п.), а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

#### 13.1. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля:

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО. Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = X - C,$$

где  $X$  - результат анализа;

$C$  - аттестованное значение НП АВ в образце для контроля.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля  $K$  по формуле:

$$K = \Delta_{\text{л}},$$

где  $\pm \Delta_{\text{л}}$  - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

**Примечание:** На первом этапе допускается считать  $\Delta_{\text{л}} = 0,84\Delta$ , где  $\Delta$  - показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_k| \leq |K|,$$

процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

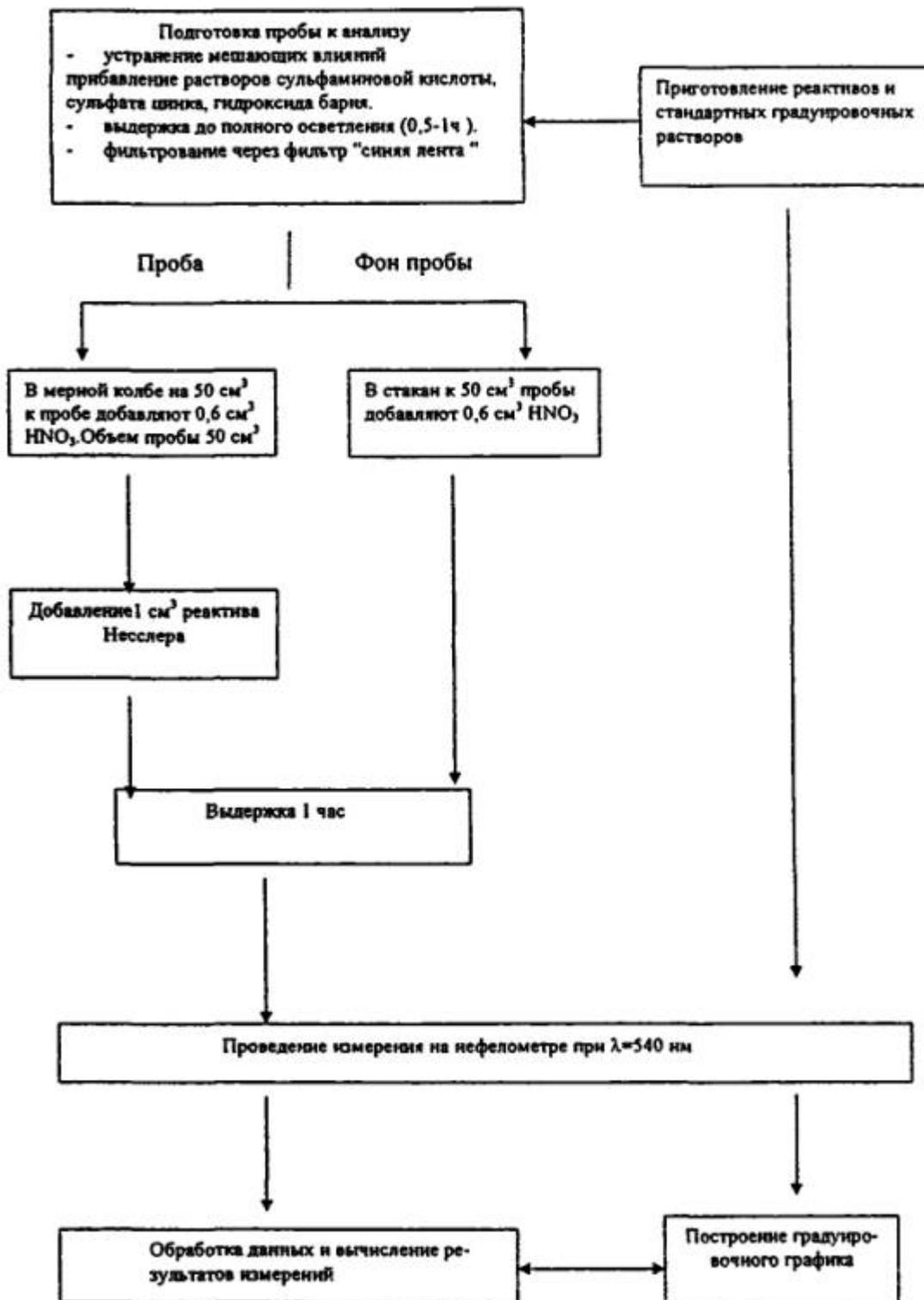
При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

**13.2.** Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории.



ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Блок-схема анализа при определении НПAB





**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ**

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИИ»  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR  
METROLOGY»  
STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

620219, Екатеринбург Факс: (3432) 502-039 4, Krasnoarmeyskaya Str., Fax: (3432) 502-039  
ГСП-82Я4, Телефон: (3432) 502-618 620219, GSP-824, Phone: (3432) 502-618  
ул. Красноармейская, 4 E-mail: uniim@uniim.ru Ekaterinburg, Russia E-mail: uniim@uniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.152/2004**

**CERTIFICATE**

**об аттестации методики выполнения измерений**

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

разработанная Аналитическим Центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (г. Москва),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

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

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

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

Диапазоны измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), $\pm \delta_s$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), $\pm \delta$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	16	23	15	48
св. 1 до 10 вкл.	9	12	8	25
св. 10 до 20 вкл.	6	9	7	19

2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности  $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $R$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	64
св. 1 до 10 вкл.	34
св. 10 до 20 вкл.	25

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- контроль исполнителем процедуры выполнения 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 контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности выполняемых измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

4 Дата выдачи свидетельства 04.06.2004 г.

Зам. директора по научной работе

И.Е. Добровинский

М.П.

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих. 2
- 2 Метод измерений
- 3 Средства измерений, вспомогательные средства, реактивы и материалы
- 4 Требования техники безопасности
- 5 Требования к квалификации оператора
- 6 Условия выполнения измерений
- 7 Отбор проб. 3
- 8 Подготовка к выполнению измерений
9. Выполнение измерений
10. Вычисление результатов измерений
11. Оформление результатов измерений
12. Оценка приемлемости результатов измерений
13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории. 6
- Приложение 1. Блок-схема анализа при определении НП АВ