

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**



**УТВЕРЖДАЮ**  
Директор ФЦНУ «Федеральный центр  
анализа и оценки техногенного  
воздействия»

**В.В. Новиков**

*[Handwritten signature]*  
"24" ноября 2014 г

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
СОДЕРЖАНИЯ МОЧЕВИНЫ  
В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПНД Ф 14.1:2:3:4.155-99**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА  
(издание 2014 г.)**

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа различных проб воды с целью определения мочевины фотометрическим методом с п-диметиламинобензальдегидом. Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые, воды природные пресные (поверхностные и подземные, в том числе источники водоснабжения), воды сточные (производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные), воды талые, технические и пробы снежного покрова.

Диапазон измерений массовых концентраций мочевины от 5 до 500 мг/дм<sup>3</sup>.

Определению мочевины с п-диметиламинобензальдегидом не мешают меламин, амелин, биурет, цианмочевина, гуанидин, цианамид, а также присутствие сульфат-ионов в массовой концентрации до 200 мг/дм<sup>3</sup>, аммоний-ионов – до 50 мг/дм<sup>3</sup>, хлорид-ионов – до 600 мг/дм<sup>3</sup>, нитрат-ионов – до 10 мг/дм<sup>3</sup>, фосфат-ионов – до 30 мг/дм<sup>3</sup>, нитрит-ионов – до 1 мг/дм<sup>3</sup>, метанола – до 50 мг/дм<sup>3</sup>.

Мешающее влияние гидразина устраняется в процессе выполнения анализа.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении А.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

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

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4329-77 Реактивы. Квасцы алюмокалиевые. Технические условия.

ГОСТ 6691-77 Реактивы. Карбамид. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

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

ГОСТ 27025-86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.

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

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

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

ГОСТ 31862-2012 Вода питьевая. Отбор проб.

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

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

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

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

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

**Примечание** – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

**Т а б л и ц а 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %
от 5 до 20 вкл.	9	13	30
св. 20 до 100 вкл.	6	9	19
св. 100 до 500 вкл.	4	5	11

**Примечание** – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата  $k = 2$

## 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Фотометрический метод основан на взаимодействии мочевины с п-диметиламинобензальдегидом с образованием окрашенного продукта после предварительного отделения мешающих компонентов на ионообменной смоле с последующим измерением оптической плотности окрашенного в лимонно-желтый цвет раствора при длине волны 430 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

### 5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ. ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы.

#### 5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

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

5.1.2 Фотозлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 430 нм.

5.1.3 Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

5.1.4 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

5.1.5 Колонка ионообменная (стеклянная трубка диаметром (8 – 10) мм и высотой (200 – 250) мм с краном на конце).

5.1.6 Плитка электрическая с регулятором температуры по ГОСТ 14919 или баня песчаная, например, МИМП-БП (Россия) по ТУ 3442.014.24662585.

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

5.1.8 Колбы мерные вместимостью 25; 100; 200 и 1000 см<sup>3</sup> (2-25-2; 2-100-2; 2-200-2; 2-1000-2) по ГОСТ 1770, 2 класс точности.

5.1.9 Дозаторы лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или пипеточные переменного объема с погрешностью дозирования не более ±2,5% (для дозирования реактивов).

5.1.10 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5 и 10 см<sup>3</sup> (1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10) по ГОСТ 29227, 2 класс точности.

5.1.11 Пипетки с одной отметкой вместимостью 10 и 20 см<sup>3</sup> (2-2-10; 2-2-20) по ГОСТ 29169, 2 класс точности.

5.1.12 Цилиндры мерные вместимостью 25 и 100 см<sup>3</sup>, (3-25-2; 3-100-2; 4-100-2) по ГОСТ 1770, 2 класс точности.

5.1.13 Стаканы химические из термостойкого стекла вместимостью 50;

100 и 250 см<sup>3</sup> (Н-1-50 ТС; Н-1-100 ТС; Н-1-250 ТС) по ГОСТ 25336.

5.1.14 Флаконы пластиковые или стеклянные вместимостью 200 – 500 см<sup>3</sup> (для хранения проб и растворов реактивов).

5.1.15 Часы или таймер лабораторный.

**Примечание** – Допускается использование средств измерения, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

## 5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Аммиак водный, х.ч. по ГОСТ 3760.

5.2.2 Бумага индикаторная универсальная, позволяющая измерять значение рН в диапазоне от 1 до 12 ед. рН с шагом 1 ед. рН, например, по ТУ 6-09-1181.

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

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

5.2.5 Квасцы алюмокалиевые, ч.д.а. по ГОСТ 4329.

5.2.6 Мочевина, ч.д.а. по ГОСТ 6691 или ос.ч. по ТУ 6-09-2117 с содержанием основного вещества не менее 98%.

5.2.7 Натрий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ 4233.

5.2.8 п-Диметиламинобензальдегид по ТУ 6-09-3272.

5.2.9 Реактив Несслера по ТУ 6-09-2089.

5.2.10 Смола ионообменная Dowex 50 WX 8 (Дауэкс) в Н<sup>+</sup>-форме (размер частиц (0,08 – 0,25) мм, что соответствует (60 – 170) меш, производства фирмы Merck (Германия).

5.2.11 Фильтры бумажные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678.

**Примечание** – Допускается использование реактивов более высокой квалификации, а также материалов с аналогичными или лучшими характеристиками, чем у вышеуказанных.

## 6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

6.1 При выполнении измерений оптической плотности с использованием фотозлектроколориметра или спектрофотометра необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

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

6.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.4 Помещения, в которых проводится подготовка проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

6.5 Приготовление раствора соляной кислоты следует проводить в

вытяжном шкафу.

6.6 Организацию обучения работников технике безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004.

## 7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие специальное среднее или высшее образование химического профиля, владеющие техникой фотометрического анализа и изучившие правила эксплуатации используемого оборудования.

7.2 К выполнению работ по пробоподготовке допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, обученные методике подготовки проб.

## 8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

## 9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862 в полиэтиленовые флаконы вместимостью не менее 200 см<sup>3</sup>. Пробы снега отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и переводят в талую воду при комнатной температуре. Объем отбираемой пробы воды должен быть не менее 200 см<sup>3</sup>.

9.2 Сточные воды с значением рН >7,5 при поступлении в лабораторию необходимо довести до нейтральной (6,5 – 7,5 ед. рН) или слабо кислой среды (4 – 6,5 ед. рН) раствором соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (10.2.1). Значение рН контролируется с помощью универсальной индикаторной бумаги.

9.3 Отобранную пробу анализируют в течение суток. Если такой возможности нет, пробу хранят в холодильнике при температуре (2 – 10) °С не более 3 суток.

## 10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

### 10.1 Подготовка прибора

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

## 10.2 Приготовление растворов

### 10.2.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, наполовину заполненную дистиллированной водой, осторожно добавляют 8 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

### 10.2.2 Раствор хлористого натрия молярной концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>

(58,00 ± 1,00) г хлористого натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

### 10.2.3 Раствор гидроксида алюминия

(12,50 ± 0,10) г алюмокалиевых квасцов растворяют в термостойком химическом стакане в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды при нагревании на плитке с закрытой спиралью или на песчаной бане и осторожно приливают 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака, помешивая стеклянной палочкой. Оставляют смесь при комнатной температуре для более полного образования осадка гидроксида алюминия. После отстаивания сливают надосадочную жидкость, а осадок в стакане многократно промывают дистиллированной водой методом декантации для удаления ионов аммония. Суспензию снова оставляют для отстаивания осадка. Проверку качества промывки осадка осуществляют путем добавления к сливаемой надосадочной жидкости реактива Несслера (на 100 см<sup>3</sup> сливаемой надосадочной жидкости добавляют приблизительно 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера). Осадок отмывают до тех пор, пока окраска слитой надосадочной жидкости после добавления реактива Несслера не будет светло-желтой или бесцветной.

Срок хранения суспензии – 3 месяца при комнатной температуре.

### 10.2.4 Раствор *n*-диметиламинобензальдегида

В стакане вместимостью 50 см<sup>3</sup> растворяют (4,00 ± 0,10) г *n*-диметиламинобензальдегида в 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, наполовину заполненную дистиллированной водой, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 10 суток при температуре (2 – 10) °С.

### 10.2.5 Основной градуировочный раствор мочевины массовой концентрации 500 мг/дм<sup>3</sup>

Навеску мочевины (0,100 ± 0,001) г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – 3 суток при температуре (2 – 10) °С.

### 10.3 Подготовка ионообменной смолы Дауэкс

Около  $(3,00 \pm 0,10)$  г ионообменной смолы Дауэкс в стакане замачивают в  $50 \text{ см}^3$  раствора соляной кислоты (10.2.1). Выдерживают 3 часа и тщательно промывают дистиллированной водой методом декантации до нейтрального значения рН  $(6,5 - 7,5)$  ед. рН по ГОСТ 27025, которое контролируется с помощью универсальной индикаторной бумаги.

Для получения Na-формы подготовленную смолу помещают в ионообменную колонку и пропускают через колонку  $100 \text{ см}^3$  раствора хлористого натрия (10.2.2) со скоростью приблизительно  $2 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Затем промывают колонку дистиллированной водой.

Ежедневно перед началом работы колонку промывают раствором хлористого натрия (10.2.2), а затем дистиллированной водой. По окончании работы колонку промывают  $(40 - 50) \text{ см}^3$  дистиллированной воды и хранят смолу под слоем дистиллированной воды.

### 10.4 Установление градуировочной характеристики

Для установления градуировочной характеристики готовят шкалу градуировочных растворов с массовой концентрацией мочевины 0; 5; 10; 20; 30; 40; 60  $\text{мг}/\text{дм}^3$ . Для этого в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят соответственно 0; 1; 2; 4; 6; 8 и 12  $\text{см}^3$  основного градуировочного раствора мочевины с массовой концентрацией  $500 \text{ мг}/\text{дм}^3$ , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Пропускают приготовленные рабочие растворы со скоростью  $(5 - 7) \text{ см}^3/\text{мин}$  через ионообменную колонку, заполненную катионитом Дауэкс в Na-форме. Первую порцию элюата  $(4 - 5) \text{ см}^3$  собирают в мерный цилиндр и отбрасывают. Далее элюаты собирают в стаканы, вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Растворы используют в день приготовления.

После пропускания каждого раствора через колонку ее промывают  $(40 - 50) \text{ см}^3$  дистиллированной воды с той же скоростью.

Отбирают пипеткой с одной отметкой  $20 \text{ см}^3$  элюата градуировочного раствора из стакана и помещают в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$ , добавляют  $5 \text{ см}^3$  раствора п-диметиламинобензальдегида и тщательно перемешивают. Через  $(20 \pm 5)$  минут измеряют оптическую плотность растворов в кюветках с толщиной поглощающего слоя  $50 \text{ мм}$  относительно холостой пробы при длине волны  $430 \text{ нм}$ . В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду, пропущенную через ионообменную колонку, в которую потом добавляют раствор п-диметиламинобензальдегида.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость значений оптической плотности от массовой концентрации мочевины  $(\text{мг}/\text{дм}^3)$ , устанавливают не менее чем по пяти точкам в указанном диапазоне концентраций. Градуировочную характеристику устанавливают не реже 1 раза в 3 месяца, а также при смене партии реактивов, после ремонта прибора.

### 10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение массовой концентрации мочевины в градуировочном растворе отличается от аттестованного значения не более чем на 10 % во всем градуировочном диапазоне. Проверку условия стабильности градуировочной характеристики осуществляют по формуле:

$$\frac{|X_{гр} - C_{гр}|}{C_{гр}} \leq 0,1,$$

где

$X_{гр}$  – результат контрольного измерения массовой концентрации мочевины в образце для контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{гр}$  – аттестованное значение массовой концентрации мочевины, мг/дм<sup>3</sup>.

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

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием того же или других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. Если и в этом случае обнаруживаются отклонения результатов от градуировочной характеристики, то градуировочную характеристику устанавливают заново.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений выполняют следующие операции:

### 11.1 Подготовка пробы

Примерно 100 см<sup>3</sup> анализируемой пробы фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента». Если проба мутная даже после фильтрации, то добавляют 1–2 см<sup>3</sup> хорошо перемешанной суспензии гидроксида алюминия Al(OH)<sub>3</sub>, затем пробу с суспензией перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на электроплитке или песчаной бане до образования хлопьевидного осадка и осветления раствора. Дают раствору остыть, затем фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента».

Для устранения мешающего влияния гидразина и избыточного содержания аммоний-ионов 100 см<sup>3</sup> подготовленной пробы пропускают со скоростью (5–7) см<sup>3</sup>/мин через ионообменную колонку, заполненную катионитом Дауэкс в Na-форме (10.3). Первую порцию элюата (5–10) см<sup>3</sup> отбрасывают. Далее элюат собирают в стакан.

Перед анализом следующей пробы колонку промывают (40 – 50) см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 11.2 Выполнение измерений

С помощью пипетки с одной отметкой 20 см<sup>3</sup> элюата пробы из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора п-диметиламинобензальдегида и тщательно перемешивают. Через (20 ± 5) минут измеряют оптическую плотность раствора в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм относительно холостой пробы при длине волны 430 нм. В случае, если оптическая плотность превышает верхнюю точку диапазона градуировочной характеристики, то элюат разбавляют дистиллированной водой и анализ повторяют заново по п. 11.2.

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Промежуточные результаты измерений регистрируют в рабочем журнале: коэффициент разбавления пробы воды, массовую концентрацию мочевины, найденную по градуировочному графику.

Массовую концентрацию мочевины в пробе ( $X$ , мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле

$$X = A_{гр} \cdot K_p,$$

где

$A_{гр}$  – массовая концентрация мочевины, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$K_p$  – коэффициент разбавления пробы.

$$K_p = \frac{V_k}{V_{пр}},$$

где

$V_k$  – объем мерной колбы, в которой проводилось разбавление, см<sup>3</sup>;

$V_{пр}$  – объем элюата, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

## 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа, как правило, в протоколах анализов представляют в виде:

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

где  $\Delta$  – погрешность результата измерения, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X,$$

где  $\delta$  – значение показателя точности, % (таблица 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при содержании мочевины

от 5 до 10 мг/дм <sup>3</sup>	– 0,1 мг/дм <sup>3</sup>
свыше 10 мг/дм <sup>3</sup>	– 1 мг/дм <sup>3</sup> .

## 14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений ( $X_1$ ,  $X_2$ ) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq r$$

Значения пределов повторяемости ( $r$ ) приведены в таблице 2.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ( $X_{\text{лаб1}}$ ,  $X_{\text{лаб2}}$ ) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{\text{лаб1}} - X_{\text{лаб2}}|}{X_{\text{лаб1}} + X_{\text{лаб2}}} \leq R$$

Значения пределов воспроизводимости ( $R$ ) приведены в таблице 2.

**Т а б л и ц а 2 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (при $n=2$ и $P=0,95$ ), $r$ , %	Предел воспроизводимости (при $n=2$ и $P=0,95$ ), $R$ , %
от 5 до 20 вкл.	25	36
св.20 до 100 вкл.	17	25
св.100 до 500 вкл.	11	14

## 15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Образец для контроля готовят с использованием вещества гарантированной чистоты с содержанием мочевины не менее 98 % и дистиллированной воды. Периодичность контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

15.2 Оперативный контроль точности результатов измерений рекомендуется проводить с каждой серией проб, если анализ по методике выполняется эпизодически, а также при возникновении необходимости подтверждения результатов анализа отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений; результата, превышающего ПДК и т.п.).

Оперативный контроль проводят с помощью образца для контроля.

Образец для контроля готовят с использованием вещества гарантированной чистоты с содержанием мочевины не менее 98 % и дистиллированной воды.

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

$$K_k = |X - C|,$$

где

$X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации мочевины в образце для контроля, мг/дм<sup>3</sup>;

$C$  – аттестованное значение мочевины в образце для контроля, мг/дм<sup>3</sup>.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_n,$$

где  $\Delta_n$  – характеристика погрешности аттестованного значения мочевины в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм<sup>3</sup>.

**П р и м е ч а н и е** – Допускается  $\Delta_n$  рассчитывать по формуле  $\Delta_n = 0,84 \cdot \Delta$ , где  $\Delta$  – приписанная характеристика погрешности методики.

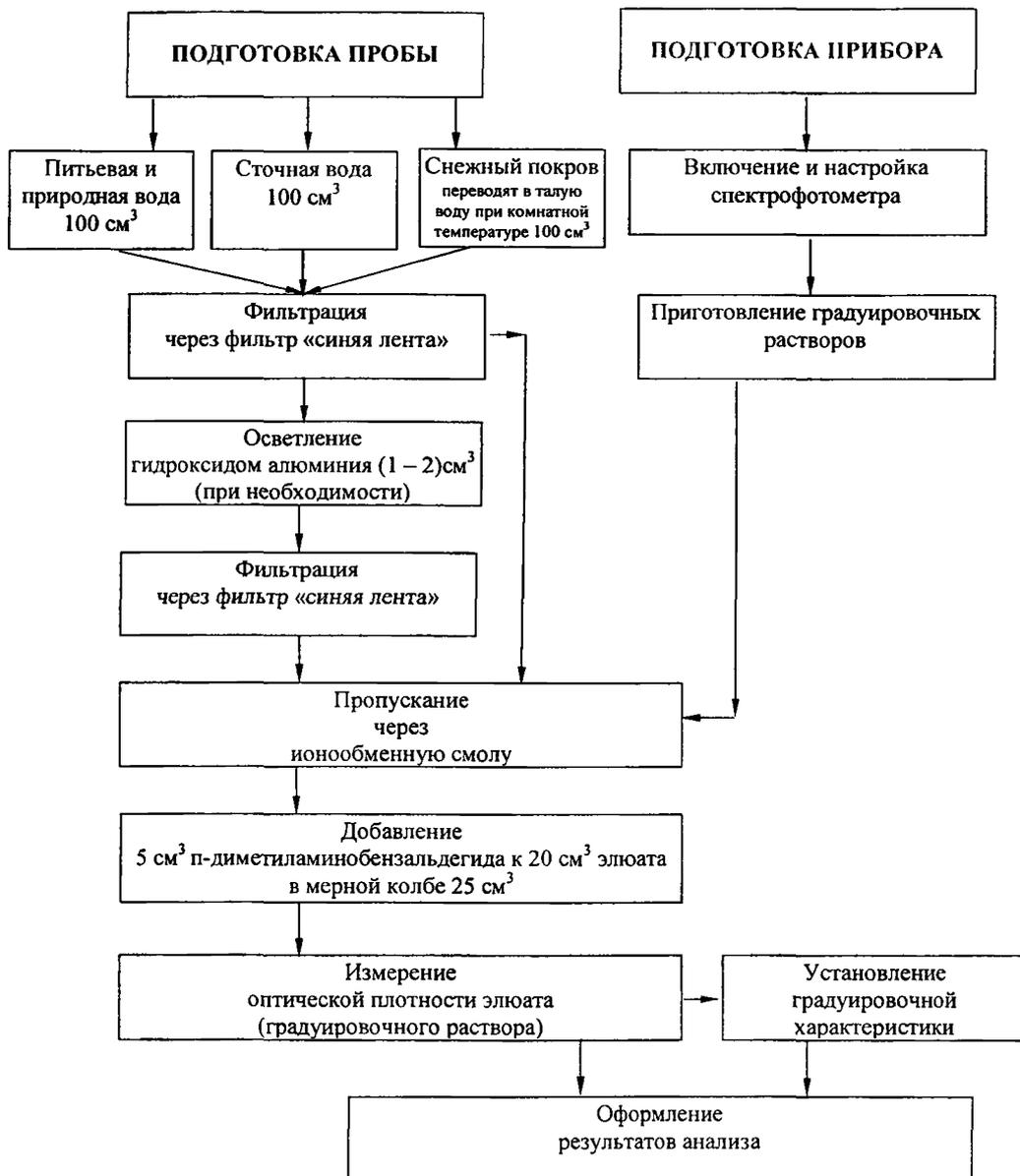
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K.$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Настоящее издание методики действует до выхода нового издания и введено в действие взамен ПНД Ф 14.1:2:4.155-99.

Заместитель директора ФБУ «ФЦАО»



А.Б.Сучков

Регистрационный код МВИ в Федеральном реестре: ФР.1.31.2015.19279

**Разработчик:**

ЗАО «РОСА»

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

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

[http:// www.rossalab.ru](http://www.rossalab.ru)

e-mail: [quality@rossalab.ru](mailto:quality@rossalab.ru)



## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 004/01.00301-2010/2014

об аттестации методики измерений массовой концентрации мочевины в  
питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом на 1 листе

**Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности <sup>1</sup> (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости) σ <sub>п</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ <sub>в</sub> , %
от 5 до 20 вкл.	30	9	13
св. 20 до 100 вкл.	19	6	9
св. 100 до 500 вкл.	11	4	5

Соответствует расширенной относительной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

**Таблица 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95**

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 5 до 20 вкл.	25	36
св. 20 до 100 вкл.	17	25
св. 100 до 500 вкл.	11	14

Главный специалист  
отдела методического обеспечения ФБУ «ФЦАО»,  
эксперт-метролог СДСЭМ  
(сертификат № RUM 01.33.00719)



Т.Б. Мулюкина



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

(РОСПРИРОДНАДЗОР)  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ  
ТЕХНОГЕНННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»  
(ФБУ «ФЦАО»)

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 004/01.00301-2010/2014

Методика измерений массовой концентрации мочевины в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом, разработанная ЗАО «РОСА», 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35, предназначенная для измерений показателей состава питьевых, природных и сточных вод,

регламентированная в документе ПНД Ф 14.1.2.3.4.155-99 «Методика определения содержания мочевины в питьевых, природных и сточных водах фотометрическим методом», издание 2014 г. на 12 стр.

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, и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики методики измерений на одном листе.

Директор ФБУ «ФЦАО»

В.В. Новиков

Дата выдачи: 24.11.2014



117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А, тел.: (495) 943-29-44, www.fcao.ru