

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

**УТВЕРЖДАЮ**

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

  
\_\_\_\_\_  
И. И. Теофанов

“21” апреля 2010 г.



**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ АНИОННЫХ  
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С  
МЕТИЛЕНОВЫМ СИНИМ (МИКРОЭКСТРАКЦИЯ)**

**ПНД Ф 14.1:2.258-10**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА  
2010 г.**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Директор ФГУ «ФЦАО»



И.Л.Феофанов

Разработчик:

Аналитический центр ЗАО «РОСА»

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

Телефон: (495) 439 52 13

Факс: (495) 435 13 00

---

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

## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику фотометрического определения анионных СПАВ в пробах природных и сточных вод в диапазоне массовых концентраций от 0,10 до 100 мг/дм<sup>3</sup>. При массовой концентрации свыше 2,0 мг/дм<sup>3</sup> требуется предварительное разбавление пробы.

Определению мешают анионы и восстановители:

- хлориды в концентрации свыше 75 мг/дм<sup>3</sup>,
- нитраты в концентрации свыше 10 мг/дм<sup>3</sup>,
- роданиды в концентрации свыше 0,5 мг/дм<sup>3</sup>,
- тиосульфаты и сульфиды в концентрациях свыше 10 мг/дм<sup>3</sup>,
- сульфиты – свыше 5 мг/дм<sup>3</sup>.

Мешающее влияние указанных анионов устраняют в ходе проведения анализа.

### 1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод определения массовой концентрации анионных СПАВ основан на их взаимодействии с метиленовым синим в щелочной среде с образованием ионных ассоциатов, экстрагируемых в хлороформ. Для устранения мешающего влияния анионов, полученные хлороформные экстракты обрабатывают кислым раствором метиленового синего, после чего измеряют оптическую плотность экстракта при длине волны 650 нм. Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

### 2. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ ( $\delta$ ), %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R$ ( $\delta$ ), %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$ ) $\pm \delta_c$ , %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики при $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %
от 0,1 до 1,0 вкл.	13	21,5	8	43
св. 1,0 до 10,0 вкл.	10	17,5	7	35
св. 10,0 до 100 вкл.	8	11	5	22

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

#### 3.1. Средства измерений и вспомогательное оборудование

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,0001 г.
- Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора АСПАВ (додецилсульфат натрия кристаллический или раствор с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup>).
- Колбы мерные вместимостью 10, 100 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227, 2 класс точности.
- Пипетки с одной меткой вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169, 2 класс точности.
- Пробирки градуированные вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.
- Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения при длине волны 650 нм и снабженный кюветами с толщиной поглощающего слоя 10 мм.
- pH-метр лабораторный с пределом допускаемых значений основной абсолютной погрешности  $\pm 0,05$  ед. pH.
- Цилиндры мерные вместимостью 10, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770, 2 класс точности.
- Воронки делительные вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.
- Встряхиватель, снабженный насадкой для делительных воронок, обеспечивающий их встряхивание возвратно-поступательным движением, с регулируемой скоростью встряхивания или любое другое устройство, позволяющее проводить экстракцию в воспроизводимых условиях.

*Примечание: Допускается проведение экстракции вручную.*

- Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или деионизованной 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

- Стаканы вместимостью 50, 1000, 2000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.
- Флаконы из темного стекла вместимостью 1000 см<sup>3</sup> (для хранения растворов реактивов).
- Флакон пластиковый вместимостью 1000 см<sup>3</sup> (для хранения щелочного буферного раствора).
- Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре 2 – 10 °С.
- Штатив для пробирок.
- Штатив для делительных воронок

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

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

### 3.2. Реактивы и материалы

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты).
- Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204.
- Натрий гидроокись (натрия гидроксид, едкий натр), ч.д.а. по ГОСТ 4328.
- Калий фосфорнокислый однозамещенный, чда., по ГОСТ 4198.
- Метиленовый синий, ч., ТУ 6-09-29
- Хлороформ, ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 20015.
- Натрий серноокислый безводный (натрия сульфат), х.ч. по ГОСТ 4166.
- Вата медицинская гигроскопическая, нестерильная по ГОСТ 5556.

Допускается использовать реактивы более высокой квалификации или импортные аналоги.

## 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.

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

4.3. Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

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 допускают химика-аналитика, владеющего техникой экстракционно-фотометрического анализа и изучившего правила эксплуатации используемого оборудования.

## 6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20 – 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
частота переменного тока	(50 ± 1) Гц
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

## 7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

7.1. Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 «Вода. Общие требования к отбору проб».

7.2. Отбор проб воды осуществляют в стеклянные герметично закупоривающиеся бутылки. Объём отбираемой пробы должен быть не менее  $100 \text{ см}^3$ .

7.3. Пробу следует анализировать в день отбора. Если пробу нельзя проанализировать в день отбора, её консервируют хлороформом из расчета  $2 - 4 \text{ см}^3$  на  $1000 \text{ см}^3$  пробы. Законсервированную пробу хранят при температуре  $2 - 10 \text{ }^\circ\text{C}$  не более 7 суток.

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

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилия отбирающего 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 нейтрального раствора метиленового синего

В мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  помещают  $0,35 \text{ г}$  метиленового синего, добавляют  $500 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и оставляют на 24 ч до полного растворения навески. Содержимое колбы перемешивают и доводят объём до метки дистиллированной водой. Реактив хранят при комнатной температуре в течение 6 мес.

#### 8.2.2. Приготовление кислого раствора метиленового синего

В мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  помещают  $0,35 \text{ г}$  метиленового синего, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют к раствору  $6,5 \text{ см}^3$  серной кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят за 24 часа до использования. Реактив хранят при комнатной температуре в течение 6 мес.

#### 8.2.3. Приготовление фосфатного буферного раствора ( $10,0 \pm 0,2 \text{ ед. рН}$ )

$16,33 \text{ г}$  калия фосфорнокислого помещают в стакан вместимостью  $2000 \text{ см}^3$  и растворяют его в  $1200 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, отмеривая воду цилиндром. Навеску  $5,04 \text{ г}$  гидроокиси натрия помещают в стакан вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и растворяют в  $630 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, отмеривая воду цилиндром. Оба раствора смешивают в стакане вместимостью  $2000 \text{ см}^3$  и выдерживают в течение суток. Значение рН полученного буферного раствора контролируют с помощью рН-метра. При необходимости значение рН доводят до  $10,0 \pm 0,2 \text{ ед. рН}$ , прибавляя несколько кристаллов фосфорнокислого калия, если рН более  $10,2 \text{ ед. рН}$ , или по каплям любой раствор гидроокиси натрия, имеющийся в лаборатории (с концентрацией  $5 - 30$

%), если рН менее 9,8 ед. рН. В дальнейшем рН буферного раствора проверяют не реже одного раза в месяц.

#### *8.2.4. Приготовление основного стандартного раствора с концентрацией АСПАВ 100 мг/дм<sup>3</sup>*

Раствор готовят из государственного стандартного образца состава АСПАВ (кристаллический додецилсульфат натрия). Содержимое ампулы ГСО количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

В случае приготовления основного стандартного раствора АСПАВ из ГСО с концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup>, раствор пипеткой 5 см<sup>3</sup> отбирают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора 3 месяца при температуре 2 – 10 °С с добавлением хлороформа из расчета 2 – 4 см<sup>3</sup> на 1000 см<sup>3</sup>.

#### *8.2.5. Приготовление рабочего стандартного раствора (I) с концентрацией АСПАВ 10 мг/дм<sup>3</sup>*

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой переносят 10 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора АСПАВ с концентрацией 100 мг/см<sup>3</sup>, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

#### *8.2.6. Приготовление рабочего стандартного раствора (II) с концентрацией АСПАВ 1,0 мг/дм<sup>3</sup>*

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой переносят 10 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора (I) с концентрацией АСПАВ 10 мг/дм<sup>3</sup>, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

### **8.3. Установление градуировочной характеристики**

В мерные колбы (или градуированные пробирки) вместимостью 10 см<sup>3</sup> последовательно вносят 1,0 – 2,0 – 4,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора (II) АСПАВ и 1,0 – 1,5 – 2,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора (I) АСПАВ. Объем растворов доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Концентрация АСПАВ в полученных растворах составляет соответственно 0,10 – 0,20 – 0,40 – 1,0 – 1,5 – 2,0 мг/дм<sup>3</sup>. Приготовленные градуировочные растворы переливают в делительные воронки вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 1 см<sup>3</sup> фосфатного буферного раствора и 1 см<sup>3</sup> нейтрального метиленового синего. Содержимое воронок перемешивают и в каждую добавляют по 3 см<sup>3</sup> хлороформа. Смесь энергично вручную или с помощью встряхивателя встряхивают в течение 1 мин, и после расслоения фаз, нижний слой сливают в другую делительную воронку, содержащую 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 1 см<sup>3</sup> кислого раствора метиленового синего. В

первую делительную воронку вновь добавляют 3 см<sup>3</sup> хлороформа и повторяют операцию экстрагирования, хлороформный экстракт также сливают во вторую делительную воронку. Третью экстракцию проводят аналогичным способом. Затем содержимое второй воронки встряхивают в течение 1 мин и оставляют до полного расслоения. Экстракт сливают в пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup> через воронку с ватой, предварительно смоченной хлороформом, и доводят объем раствора до 10 см<sup>3</sup> хлороформом. Измеряют оптическую плотность полученного экстракта при длине волны 650 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно хлороформа.

Одновременно проводят измерения оптической плотности экстракта холостой пробы. В качестве холостой пробы используют дистиллированную воду, проведенную через весь ход анализа. Значение оптической плотности экстракта холостой пробы, не должно превышать 0,030 ед.абс.

Значения оптической плотности стандартных растворов  $D_{стр.р}$  (ед. абс) рассчитывают по разности значений оптической плотности градуировочных растворов ( $D_{г.р.}$ ) и значения оптической плотности холостой пробы ( $D_0$ ). Градуировочный график строят в координатах  $D_{стр.р}$  (ед. абс) – концентрация АСПАВ (мг/дм<sup>3</sup>).

Градуировочную характеристику устанавливают заново при смене партии любого из реактивов, после ремонта или юстировки фотокolorиметра, но не реже 1 раза в три месяца.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение концентрации градуировочного раствора не превышает значения норматива контроля стабильности, который устанавливают в лаборатории при внедрении методики. Значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики не должно превышать 20 %.

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

Если градуировочная характеристика 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 градуировочную характеристику устанавливают заново.



## 9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1. Анализ холостой пробы

Перед проведением каждой серии измерений выполняют анализ холостой пробы. В качестве холостой пробы используют 10,0 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, проведенной через весь ход анализа.

### 9.2. Анализ проб

10,0 см<sup>3</sup> анализируемой пробы или меньший ее объем, доведенный до 10,0 см<sup>3</sup> дистиллированной водой, помещают в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup>, прибавляют 1,0 см<sup>3</sup> фосфатного буферного раствора, 1,0 см<sup>3</sup> нейтрального метиленового синего и проводят экстракцию хлороформом так же, как при построении градуировочной характеристики (п. 8.3.).

*Примечание: В случаях плохого разделения фаз после последней экстракции кислым раствором метиленового синего, нижний хлороформный слой из делительной воронки сливают в стаканчики и прибавляют сульфат натрия небольшими порциями, перемешивая содержимое стеклянной палочкой до полного осушения хлороформа. Высушенный хлороформный экстракт сливают в пробирку, а сульфат натрия промывают несколькими небольшими порциями хлороформа (по 1 – 2 см<sup>3</sup>), собирая их в ту же пробирку.*

Оптическую плотность экстракта анализируемой пробы ( $D_{\text{пробы}}$ , ед. абс.) рассчитывают по формуле:

$$D_{\text{пробы}} = D_1 - D_0,$$

где  $D_1$  – измеренное значение оптической плотности экстракта пробы, ед. абс.

$D_0$  – значение оптической плотности экстракта холостой пробы, ед. абс.

По градуировочному графику находят концентрацию АСПАВ ( $C$ , мг/дм<sup>3</sup>).

## 9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию АСПАВ в пробе ( $X_{\text{АСПАВ}}$ , мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$X_{\text{АСПАВ}} = C \cdot K_p$$

где:  $C$  – концентрация АСПАВ, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$K_p$  – коэффициент предварительного разбавления пробы (при необходимости).

## 10. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты количественного анализа в протоколах анализов представляют в виде:

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

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

$\delta$  – значение показателя точности, % (см. табл. 1).

Результаты измерений округляют с точностью:

при содержании от 0,1 до 1,0 мг/дм <sup>3</sup>	—	0,01 мг/дм <sup>3</sup>
при содержании от 1,0 до 10,0 мг/дм <sup>3</sup>	—	0,1 мг/дм <sup>3</sup>
при содержании от 10 до 100 мг/дм <sup>3</sup>	—	1 мг/дм <sup>3</sup>

## 11. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости 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 (г). Значения г приведены в таблице 2.

12.2. При необходимости 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 (для двух результатов измерений), г, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
от 0,1 до 1,0 вкл.	22	60
св. 1,0 до 10,0 вкл.	20	49
св.10, 0 до 100 вкл.	14	31

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

13.1. 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 среднеквадратического отклонения повторяемости и внутрилабораторной прецизионности и погрешности).

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.

13.2. 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, мг/дм<sup>3</sup>;

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

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

$$K = \Delta_n$$

где  $\pm \Delta_n$  – характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

*Примечание: На первом этапе допускается считать  $\Delta_n = 0,84\Delta$ , где  $\Delta$  – показатель точности МВИ.*

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

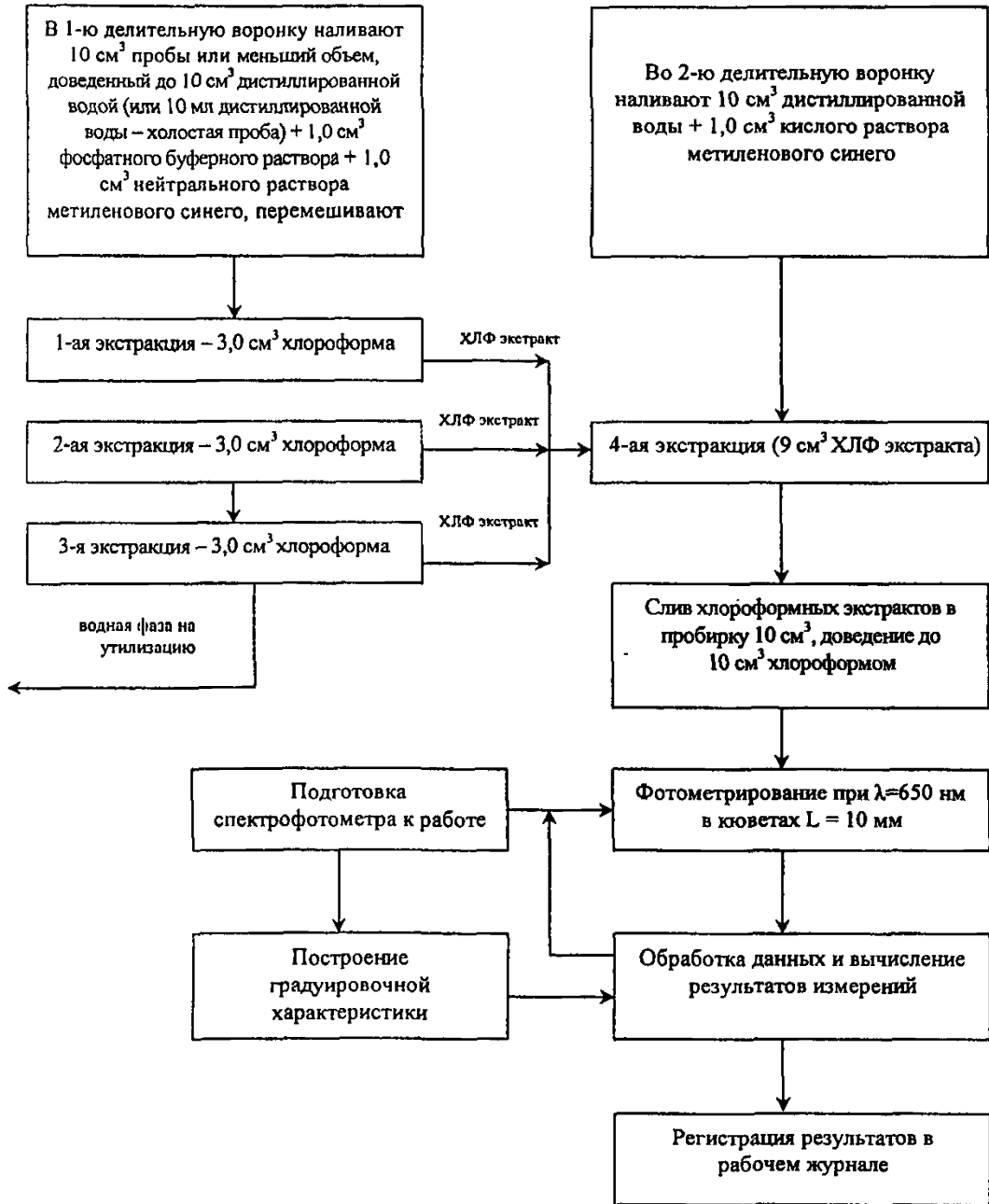
$$|K_k| \leq |K|$$

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

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

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

**Блок-схема анализа при определении АСПАВ в воде с использованием микроэкстракции**





103320

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ  
Государственный научный метрологический центр  
ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.03.173 / 2009

Методика выполнения измерений массовой концентрации анионных поверхностно-  
активных веществ в природных и сточных водах фотометрическим методом с  
метиленовым синим (микроэкстракция),  
разработанная Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (г. Москва),  
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.  
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов  
по разработке МВИ

наименование измеряемой величины; объекта  
и метода измерений

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

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

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

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

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

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

Зав. лабораторией

Дата выдачи: 28.12.2009г.

Срок действия: —

С.В. Мелведевских

Г.И. Терентьев

МП:

**Приложение к свидетельству № 223.1.01.03,173 / 2009  
об аттестации методики выполнения измерений  
массовой концентрации анионных поверхностно-активных веществ  
в природных и сточных водах фотометрическим методом  
с метиленовым синим (микроекстракция)**

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадрати- ческое 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 <sup>1</sup> (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm \delta$ , %
от 0,1 до 1 вкл.	13	21,5	8	43
св. 1 до 10 вкл.	10	17,5	7	35
св. 10 до 100 вкл.	8	11	5	22

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 0,1 до 1 вкл.	22	60
св. 1 до 10 вкл.	20	49
св. 10 до 100 вкл.	14	31

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений. Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник  
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ»

*О.В. Кочергина*

О.В.Кочергина

<sup>1</sup> Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата  $k=2$