2.6. Общие требования к методам контроля

ГОСТ Р 51232—98

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Общие требования к организации и методам контроля качества

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды» (ВНИИстандарт, МосводоканалНИИпроект, ГУП ЦИКВ, УНИИМ, НИИЭЧГО им. А.Н. Сысина, ГИЦПВ)

ВНЕСЕН Управлением Агролегпрома и химической продукции Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 17 декабря 1998 г. № 449

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2005 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2005
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки. 1
3 Общие положения 2
4 Производственный контроль 3
5 Внутренний оперативный контроль 8
Приложение А Расчет характеристики погрешности и ее составляющих на основе данных, приведенных в нормативных документах на методы определения содержания показателя . . 9
Приложение Б Алгоритмы проведения внутреннего оперативного контроля качества результатов определений в соответствии с [48] 11
Приложение В Библиография 13

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Общие требования к организации и методам контроля качества

Drinking water.
General requirements for organization and quality control methods

Дата введения 1999—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду, производимую и подаваемую централизованными системами питьевого водоснабжения, и устанавливает общие требования к организации и методам контроля качества питьевой воды.

Стандарт распространяется в части требований к методам контроля и на воду питьевую нецентрализованных и автономных систем водоснабжения.

Стандарт применяют и при проведении работ по сертификации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 8.417—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 3351—74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности

ГОСТ 4011—72 Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа

ГОСТ Р 52407—2005 Вода питьевая. Методы определения жесткости

ГОСТ 4152—89 Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации мышьяка

ГОСТ 4192—82 Вода питьевая. Методы определения минеральных азотсодержащих веществ

ГОСТ 4245—72 Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов

ГОСТ 4386—89 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов

ГОСТ 4388—72 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди

Издание официальное
★

ГОСТ 4389—72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов

ГОСТ 4974—72 Вода питьевая. Методы определения содержания марганца

ГОСТ 18164—72 Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка

ГОСТ 18165—89 Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации алюминия

ГОСТ 18190—72 Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного активного хлора

ГОСТ 18293—72 Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра

ГОСТ 18294—2004 Вода питьевая. Метод определения содержания бериллия

ГОСТ 18301—72 Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона

ГОСТ 18308—72 Вода питьевая. Метод определения содержания молибдена

ГОСТ 18309—72 Вода питьевая. Метод определения содержания полифосфатов

ГОСТ 18826—73 Вода питьевая. Методы определения содержания нитратов

ГОСТ 18963—73 Вода питьевая. Методы санитарно-бактериологического анализа

ГОСТ 19355—85 Вода питьевая. Методы определения полиакриламида

ГОСТ 19413—89 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации селена

ГОСТ 23950—88 Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации стронция

ГОСТ 27384—2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 8.563—96 ГСИ. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 51000.4—96 ГСС. Система аккредитации в Российской Федерации. Общие требования к аккредитации испытательных лабораторий

ГОСТ Р 51209—98 Вода питьевая. Метод определения содержания хлорорганических пестицидов газожидкостной хроматографией

ГОСТ Р 51210—98 Вода питьевая. Метод определения содержания бора

ГОСТ Р 51211—98 Вода питьевая. Методы определения содержания поверхностно-активных веществ

ГОСТ Р 51212—98 Вода питьевая. Методы определения содержания общей ртути беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрией

ГОСТ Р 51592—2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

3 Общие положения

3.1 Настоящий стандарт применяют при организации производственного контроля и выборе методов определения показателей качества питьевой воды и воды источника водоснабжения, при оценке состояния измерений в лабораториях, при их аттестации и аккредитации, а также при осуществлении метрологического контроля и надзора за деятельностью лабораторий, осуществляющих контроль качества (определение состава и свойств) питьевой воды и воды водоисточника.

3.2 Качество питьевой воды должно соответствовать требованиям действующих санитарных правил и норм, утвержденных в установленном порядке.

3.3 Производственный контроль качества питьевой воды организуют и(или) осуществляют организации, эксплуатирующие системы водоснабжения и отвечающие за качество подаваемой потребителю питьевой воды.

3.4 Организация работы производственного контроля должна обеспечивать условия измерений, позволяющие получать достоверную и оперативную информацию о качестве питьевой воды в единицах величин, установленных ГОСТ 8.417, с погрешностью определений, не превышающих норм, установленных ГОСТ 27384, с применением средств измерений, внесенных в государственный реестр утвержденных типов средств измерений и прошедших поверку. Методики, применяемые для определения показателей качества питьевой воды, должны быть стандартизованы или аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563; для определения биологических показателей допускается применять методики, утвержденные Минздравом России.

3.5 Лаборатории подлежат оценке состояния измерений по [1] и(или) аккредитации по ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025, ГОСТ Р 51000.4.

3.6 Контроль воды на наличие патогенных микроорганизмов проводят в лабораториях, имеющих разрешение для работы с возбудителями соответствующей группы патогенности и лицензию на выполнение этих работ.

3.7 Производственный контроль качества питьевой воды включает в себя:

- определение состава и свойств воды источника водоснабжения и питьевой воды в местах водозабора, перед поступлением ее в водопроводную сеть распределительной сети;
- входной контроль наличия сопроводительной документации (технических условий, сертификата соответствия или гигиенического сертификата (гигиенического заключения) на реагенты, материалы и другую продукцию, используемые в процессе водоподготовки;
- входной выборочный контроль продукции, используемой в процессе водоподготовки, на соответствие требованиям нормативной документации на конкретный продукт;
- в соответствии с технологическим регламентом пооперационный контроль оптимальных доз реагентов, вводимых для очистки воды;
- разработку графика контроля, согласованного с территориальными органами Госсанэпиднадзора России и(или) ведомственного санитарно-эпидемиологического надзора в установленном порядке, который должен содержать контролируемые показатели; периодичность и количество отбираемых проб; точки и даты отбора проб и т. д.;
- экстренное информирование центров санэпиднадзора обо всех случаях результатов контроля качества питьевой воды, не соответствующих гигиеническим нормативам, прежде всего превышения по микробиологическим и токсикологическим показателям;
- ежемесячное информирование центров санэпиднадзора о результатах производственного контроля.

3.8 При принятии административных решений по оценке превышения результатов определения содержания контролируемого показателя по отношению к гигиеническому нормативу качества питьевой воды к рассмотрению

принимают результаты определения содержания контролируемого показателя без учета значений характеристики погрешности. При этом погрешность определения должна соответствовать установленным нормам.

3.9 Для определения качества питьевой воды могут привлекаться на договорной основе лаборатории, аккредитованные в установленном порядке на техническую компетентность в выполнении испытаний качества питьевой воды; при проведении арбитражных и сертификационных испытаний — на техническую компетентность и юридическую независимость.

3.10 В лабораториях должны соблюдаться требования безопасности, пожарной безопасности и производственной санитарии.

4 Производственный контроль

4.1 Производственный контроль качества воды проводят в местах водозабора из источника водоснабжения, перед поступлением ее в распределительную водопроводную сеть, а также в точках распределительной сети.

Контроль качества воды на различных стадиях процесса водоподготовки проводят в соответствии с технологическим регламентом.

4.2 Количество точек для отбора проб воды и места их расположения на водозаборе, в резервуарах чистой воды и в напорных водоводах, перед поступлением в распределительную сеть устанавливают собственники водопроводных систем (наружных и внутренних) по согласованию с органами Госсанэпиднадзора России и(или) ведомственного санитарно-эпидемиологического надзора. Отбор проб воды из распределительной сети проводят из уличных водоразборных устройств на основных магистральных линиях, на наиболее возвышенных и тупиковых ее участках, а также из кранов внутренних водопроводных сетей домов.

Допускается отбор проб из кранов трубопроводов, введенных в производственную лабораторию от основных контрольных точек водоотбора, если при этом обеспечивается стабильность состава воды на этапе ее транспортирования по трубопроводу в лабораторию.

4.3 Отбор, консервацию, хранение и транспортирование проб воды проводят по ГОСТ Р 51592, ГОСТ Р 51593, а также в соответствии с требованиями стандартов и других действующих нормативных документов на методы определения конкретного показателя, утвержденных в установленном порядке.

4.4 В части метрологического обеспечения лаборатории должны удовлетворять следующим условиям:

- применение поверенных средств измерений;
- использование государственных и межгосударственных стандартных образцов (ГСО);
- использование стандартизованных и(или) аттестованных методик определений, а также методик, утвержденных Минздравом России;
- наличие актуализированных документов по показателям контроля и методам анализа;
- постоянно действующий внутрилабораторный контроль качества результатов определений;
- система повышения квалификации персонала лаборатории.

4.5 Для контроля качества питьевой воды используют методы определения, указанные для:

- микробиологических и паразитологических показателей в таблице 1;
- обобщенных показателей в таблице 2;
- некоторых неорганических веществ в таблице 3;
- некоторых органических веществ в таблице 4;
- некоторых вредных химических веществ, поступающих и образующихся в процессе обработки воды, в таблице 5;
- органолептических свойств питьевой воды в таблице 6;
- радиационной безопасности питьевой воды в таблице 7.

Таблица 1 — Методы определения микробиологических и паразитологических показателей

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Микробиологические и паразитологические показатели для централизованных систем питьевого водоснабжения	[2]*, [3]*
Микробиологические показатели для нецентрализованных систем питьевого водоснабжения	ГОСТ 18963
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Таблица 2 — Методы определения обобщенных показателей качества питьевой воды

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Водородный показатель	Измеряется pH-метром, погрешность не более 0,1 pH
Общая минерализация (сухой остаток)	Гравиметрия (ГОСТ 18164)
Жесткость общая	Титриметрия (ГОСТ 4151)
Окисляемость перманганатная	Титриметрия [4]*
Нефтепродукты (суммарно)	ИК-спектрофотометрия [5]*
Поверхностно-активные вещества (ПАВ) анионоактивные	Флуориметрия, спектрофотометрия (ГОСТ Р 51211)
Фенольный индекс	Спектрофотометрия [6]*
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Таблица 3 — Методы определения содержания некоторых неорганических веществ в питьевой воде

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Азот аммонийный (NH_4^+)	Фотометрия (ГОСТ 4192)
Алюминий (Al^{3+})	Фотометрия (ГОСТ 18165). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [7]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Флуориметрия [9]*

Продолжение таблицы 3

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Барий (Ba^{2+})	Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Фотометрия [10]*
Бериллий (Be^{2+})	Флуориметрия (ГОСТ 18294). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [11]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Бор (B, суммарно)	Флуориметрия (ГОСТ Р 51210). Спектрофотометрия [12]*. Флуориметрия [13]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Железо (Fe, суммарно)	Фотометрия (ГОСТ 4011). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [11]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Кадмий (Cd, суммарно)	Фотометрия [14]*. Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [15]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Марганец (Mn, суммарно)	Фотометрия (ГОСТ 4974). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [11]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Медь (Cu, суммарно)	Фотометрия (ГОСТ 4388). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [16]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Флуориметрия [17]*. Инверсионная вольтамперометрия [18]*
Молибден (Mo, суммарно)	Фотометрия (ГОСТ 18308). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [11]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Мышьяк (As, суммарно)	Фотометрия (ГОСТ 4152). Инверсионная вольтамперометрия [19]*. Титриметрия [20]*. Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [21]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Никель (Ni, суммарно)	Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [16]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Фотометрия [22]*
Нитраты (по NO_3^-)	Фотометрия (ГОСТ 18826, [23]*). Спектрофотометрия [24]*. Ионная хроматография [25]*
Нитриты (NO_2^-)	Фотометрия (ГОСТ 4192). Ионная хроматография [25]*. Спектрофотометрия [26]*. Флуориметрия [27]*
Ртуть (Hg, суммарно)	Атомно-абсорбционная спектрометрия (ГОСТ Р 51212)

Окончание таблицы 3

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Свинец (Pb, суммарно)	Фотометрия (ГОСТ 18293). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [11]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Флуориметрия [28]*. Инверсионная вольтамперометрия [18]*
Селен (Se, суммарно)	Флуориметрия (ГОСТ 19413). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [21]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Стронций (Sr^{2+})	Эмиссионная пламенная фотометрия (ГОСТ 23950). Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*
Сульфаты (SO_4^{2-})	Турбидиметрия, гравиметрия (ГОСТ 4389). Ионная хроматография [25]*
Фториды (F^-)	Фотометрия, потенциометрия с ионоселективным электродом (ГОСТ 4386). Флуориметрия [29]*. Ионная хроматография [25]*
Хлориды (Cl^-)	Титриметрия (ГОСТ 4245). Ионная хроматография [25]*
Хром	Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [30]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Фотометрия [31]*. Хемилюминометрия [32]*
Цианиды (CN^-)	Фотометрия [33]*
Цинк (Zn^{2+})	Фотометрия (ГОСТ 18293). Атомно-абсорбционная спектрофотометрия [11]*. Атомно-эмиссионная спектрометрия [8]*. Флуориметрия [34]*. Инверсионная вольтамперометрия [35]*
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Таблица 4 — Методы определения содержания некоторых органических веществ в питьевой воде

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
γ-изомер ГХЦ (линдан)	Газожидкостная хроматография (ГОСТ Р 51209)
ДДТ (сумма изомеров)	Газожидкостная хроматография (ГОСТ Р 51209)
2,4-Д (2,4-дихлорфенокси-уксусная кислота)	Газожидкостная хроматография [36]*
Четыреххлористый углерод	Газожидкостная хроматография [37]*
Бензол	Газожидкостная хроматография [38]*
Бенз(а)пирен	Хроматография [39]*. Флуориметрия*
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Таблица 5 — Методы определения вредных химических веществ, поступающих и образующихся в процессе обработки воды

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Хлор остаточный свободный	Титриметрия (ГОСТ 18190)
Хлор остаточный связанный	Титриметрия (ГОСТ 18190)
Хлороформ (при хлорировании воды)	Газожидкостная хроматография [40]*
Озон остаточный	Титриметрия (ГОСТ 18301)
Формальдегид (при озонировании воды)	Фотометрия [41]*. Флуориметрия [42]*
Полиакриламид	Фотометрия (ГОСТ 19355)
Активированная кремнекислота (по Si)	Фотометрия [43]*
Полифосфаты (по PO_4^{3-})	Фотометрия (ГОСТ 18309)
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Таблица 6 — Методы определения органолептических свойств питьевой воды

Наименование показателя	Метод определения, обозначение НД
Запах	Органолептика (ГОСТ 3351)
Привкус	Органолептика (ГОСТ 3351)
Цветность	Фотометрия (ГОСТ 3351)
Мутность	Фотометрия (ГОСТ 3351). Нефелометрия [44]*. Измерение мутномером с погрешностью определения не более 10 %
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Таблица 7 — Методы определения радиационной безопасности питьевой воды

Наименование показателя	Метод определения
Общая α-радиоактивность	Радиометрия [45]*
Общая β-радиоактивность	Радиометрия [46]*
* Действует до утверждения соответствующего государственного стандарта.	

Допускается применять другие методы определений, соответствующие требованиям 3.4.

Для показателей, не включенных в таблицы 3 и 4, применяют методики, отвечающие требованиям 3.4, а при их отсутствии методику разрабатывают и аттестовывают в установленном порядке.

4.6 Для методик, приведенных в государственных стандартах, указанных в таблицах 2, 3, 5, 6, имеющих недостаточные сведения о характеристике погрешности (и ее составляющих), необходимые значения характеристики погрешности (и ее составляющих) рассчитывают в соответствии с приложением А.

4.7 При выборе аттестованных методик принимают во внимание следующее:

- диапазоны измерений;
- характеристики погрешности;
- наличие средств измерений, вспомогательного оборудования, стандартных образцов, реактивов и материалов;
- оценку влияющих факторов;
- квалификацию персонала.

4.8 Методики должны содержать метрологические характеристики и соответствующие им нормативы контроля, взаимоувязанные с приписанными (допускаемыми) характеристиками погрешности результатов анализа или ее составляющих.

4.9 Погрешность измерений не должна превышать значений, установленных ГОСТ 27384.

4.10 Применяемый метод контроля должен иметь нижнюю границу диапазона определяемых содержаний не более 0,5 ПДК.

4.11 Внедрение методик определения в практику работы лаборатории проводят после подтверждения ее метрологических характеристик путем проведения внутреннего оперативного контроля (ВОК) качества результатов определения (сходимости, воспроизводимости, точности) в соответствии с требованиями, указанными в методике. В случае отсутствия в НД на методику характеристики погрешности, а также алгоритмы нормативов ВОК внедрение методики осуществляют по следующей схеме:

- апробация с использованием дистиллированной воды с добавкой определяемого показателя, приготовленной из соответствующего ГСО;
- определение показателя с использованием реальной (рабочей) пробы воды;
- определение показателя с использованием реальной пробы воды с добавкой определяемого показателя (далее — «шифрованная проба»), приготовленной из соответствующего ГСО.

Выводы о внедрении методики делают в соответствии с алгоритмами контроля, приведенными в приложении Б.

Внедрение методики оформляют в порядке, установленном в организации.

Примечание — Если для методики определений установлено расчетное значение характеристики погрешности и при внедрении методики установлена невозможность получения удовлетворительных результатов ВОК, то должно быть установлено другое расчетное значение характеристики погрешности либо для данных целей использована другая методика определения.

4.12 Используемые стандартные образцы (СО) должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.315, иметь, как правило, ранг государственных (межгосударственных) и при поступлении в лабораторию сопровождаться паспортом.

При отсутствии в государственном реестре СО допускается использование аттестованных в установленном порядке смесей. Аттестация смесей — по [47].

4.13 Допускается контролировать показатели качества питьевой воды автоматическими и автоматизированными средствами измерений (анализаторами), внесенными в государственный реестр утвержденных типов средств измерений.

4.14 При получении результатов определения менее нижней границы диапазона измерений по применяемой методике и при представлении этих результатов не допускается использовать обозначение «0»; записывают значение нижней границы диапазона измерений со знаком «менее».

5 Внутренний оперативный контроль

5.1 Внутренний оперативный контроль качества результатов определений (ВОК) проводят с целью предотвращения получения в лаборатории недостоверной информации по составу питьевой воды и воды водоисточника.

5.2 Требования к организации и проведению ВОК приведены в [48].

5.3 Проводят ВОК сходимости, воспроизводимости и точности результатов определений.

5.4 ВОК точности осуществляют, как правило, с использованием метода добавок стандартных образцов, аттестованных смесей в рабочие пробы питьевой воды.

5.5 Алгоритмы проведения ВОК качества результатов определений приведены в методиках определения, а при отсутствии в методиках — в [48] и в приложении Б.

5.6 Для оценки реального качества результатов определений и эффективного управления этим качеством ВОК целесообразно дополнить внутренним статистическим контролем в соответствии с [48].

5.7 Для аккредитованных лабораторий систему ВОК согласовывают с органом по аккредитации и устанавливают в руководстве по качеству аккредитованной лаборатории.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Расчет характеристики погрешности и ее составляющих на основе данных, приведенных в нормативных документах на методы определения содержания показателя

Приведено в НД	Принятые предположения	Способ расчета
d	$\xi = 1{,}4$ Δ_c — незначимо	$\sigma_{cx}(\mathring{\Delta}) = d/2{,}77$ $\sigma(\mathring{\Delta}) = \xi\,\sigma_{cx}(\mathring{\Delta})$ $\Delta = 1{,}96\,\sigma(\mathring{\Delta})$
D	Δ_c — незначимо	$\sigma(\mathring{\Delta}) = D/2{,}77$ $\Delta = 1{,}96\,\sigma(\mathring{\Delta})$
$\Delta_н$	Δ_c — незначимо	$\sigma(\Delta) = \Delta_н/1{,}96$ $\Delta = \Delta_н$

Продолжение таблицы

Приведено в НД	Принятые предположения	Способ расчета
$\Delta_н$ и D	$\Delta = \Delta_н$	$\sigma(\mathring{\Delta}) = D/2{,}77$ $\sigma(\Delta) = \Delta/1{,}96$ $\sigma(\Delta_c) = \sqrt{\sigma(\Delta)^2 - \sigma(\mathring{\Delta})^2}$ $\Delta_c = 1{,}96\,\sigma(\Delta_c)$
$\Delta_н$ и d	$\Delta = \Delta_н$ $\xi = 1{,}4$	$\sigma_{сх}(\mathring{\Delta}) = d/2{,}77$ $\sigma(\mathring{\Delta}) = \xi\,\sigma_{сх}(\mathring{\Delta})$ $\sigma(\Delta) = \Delta/1{,}96$ $\sigma(\Delta_c) = \sqrt{\sigma(\Delta)^2 - \sigma(\mathring{\Delta})^2}$ $\Delta_c = 1{,}96\,\sigma(\Delta_c)$
Δ (информация о структуре погрешности отсутствует)	Δ_c — незначимо	$\sigma(\mathring{\Delta}) = \Delta/1{,}96$
$\sigma(\mathring{\Delta})$	Δ_c — незначимо	$\Delta = 1{,}96\,\sigma(\mathring{\Delta})$
Δ, D		$\sigma(\mathring{\Delta}) = D/2{,}77$ $\sigma(\Delta) = \Delta/1{,}96$ $\sigma(\Delta_c) = \sqrt{\sigma(\Delta)^2 - \sigma(\mathring{\Delta})^2}$ $\Delta_c = 1{,}96\,\sigma(\Delta_c)$
Отсутствует регламентация погрешности	δ принятое* = 50 % Δ_c — незначимо	$\delta = \delta$ принятое $\sigma(\mathring{\delta}) = \delta/1{,}96$

* Для обозначения характеристик относительной погрешности знак Δ заменяется на δ.

Обозначения:

Δ — характеристика погрешности результатов определений (полуширина интервала, в котором погрешность результатов определений находится с принятой вероятностью $P = 0{,}95$);

$\sigma(\Delta)$ — характеристика погрешности результатов определений (среднеквадратичное отклонение, характеризующее точность результатов определений);

Δ_c — характеристика систематической составляющей погрешности (полуширина интервала, в котором систематическая составляющая погрешности результатов определений находится с принятой вероятностью $P = 0{,}95$);

$\sigma(\Delta_c)$ — характеристика систематической составляющей погрешности (среднеквадратичное отклонение, характеризующее правильность результатов определений);

$\sigma(\mathring{\Delta})$ — характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратичное отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов определений);

$\sigma_{сх}(\mathring{\Delta})$ — характеристика составляющей случайной составляющей погрешности (среднеквадратичное отклонение, характеризующее сходимость результатов определений);

Окончание таблицы

$\Delta_н$ — допускаемое значение (норма) погрешности; d — норматив оперативного контроля сходимости (допускаемое расхождение результатов параллельных определений); D — норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемое расхождение результатов анализа одной и той же пробы, полученных в условиях воспроизводимости); ξ — коэффициент, устанавливающий связь между характеристикой случайной составляющей погрешности и составляющей случайной составляющей погрешности.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Алгоритмы проведения внутреннего оперативного контроля качества результатов определений в соответствии с [48]

Б.1 Оперативный контроль качества результатов определений проводят один раз в течение периода времени, в котором условия проведения определений принимают стабильными. Объем проб для проведения ВОК качества результатов определений — средств контроля также зависит от установленных планов статистического контроля (см., например, в [48]).

Б.2 Алгоритм проведения оперативного контроля точности

Б.2.1 При оперативном контроле точности средством контроля является специально выбранная рабочая проба из числа проанализированных ранее с добавкой стандартного образца или аттестованной смеси. Рекомендуется, чтобы интервал содержания компонента в рабочей пробе находился в области наиболее типичных (средних) для рабочих проб значений. Содержание введенной добавки должно быть сравнимо по величине со средним содержанием измеряемого компонента в рабочих пробах и соответствовать диапазону определяемых содержаний по применяемой методике. Добавку в пробу вводят до проведения подготовки пробы к анализу в соответствии с методикой.

В случае когда в качестве средства контроля технически трудно использовать рабочие пробы с добавками, в качестве средства контроля используют растворы стандартных образцов или аттестованные смеси.

Б.2.2 Решение об удовлетворительной точности результатов определений и об их продолжении принимают при условии:

$$|Y - X - C| \le K, \qquad (Б.1)$$

где Y — содержание определяемого компонента в пробе с добавкой;

X — содержание определяемого компонента в пробе без добавки;

C — содержание определяемого компонента в введенной добавке, рассчитанное исходя из аттестованного значения его содержания в стандартном образце или аттестованной смеси;

K — норматив оперативного контроля точности.

$$K = 0{,}84\sqrt{(\Delta_к)^2 + (\Delta_р)^2}\ , \qquad (Б.2)$$

где $\Delta_к$ — характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в пробе с добавкой;

$\Delta_р$ — характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в пробе без добавки.

Б.2.3 Если в лаборатории определяют состав чистых природных и питьевых вод и при этом известно, что в рабочей пробе содержание контролируемого компонента пренебрежимо мало, тогда решение об удовлетворительной точности результатов определений принимают при условии

$$|X - C| \le K, \text{ при этом } K = 0{,}84\Delta\ , \qquad (Б.3)$$

где Δ — характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в стандартном образце или в аттестованной смеси.

Такое же условие применяют при использовании в качестве средства контроля растворов стандартных образцов или аттестованных смесей.

Б.2.4 При превышении норматива ВОК точности определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива определение приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Б.3 Алгоритм проведения внутреннего оперативного контроля сходимости

Б.3.1 Оперативный контроль сходимости проводят, если методика предусматривает проведение параллельных определений.

Б.3.2 ВОК сходимости результатов анализа проводят при получении каждого результата, предусматривающего проведение параллельных определений.

Б.3.3 ВОК сходимости проводят путем сравнения расхождения результатов параллельных определений, полученных при анализе пробы с нормативом ВОК сходимости, приведенным в аттестованной методике.

Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если

$$d_к = X_{max,n} - X_{min,n} \le d, \qquad (Б.4)$$

где $X_{max,n}$ — максимальный результат из n параллельных определений;

$X_{min,n}$ — минимальный результат из n параллельных определений;

d — норматив ВОК сходимости, приведенный в методике анализа.

Если норматив ВОК сходимости в методике отсутствует, то его рассчитывают по формуле

$$d = Q(P, n)\ \sigma_{сх}\ (\mathring{\Delta}), \qquad (Б.5)$$

где $Q(P, n) = 2{,}77$ при $n = 2$, $P = 0{,}95$;

$Q(P, n) = 3{,}31$ при $n = 3$, $P = 0{,}95$;

$Q(P, n) = 3{,}63$ при $n = 4$, $P = 0{,}95$;

$Q(P, n) = 3{,}86$ при $n = 5$, $P = 0{,}95$;

$\sigma_{сх}(\mathring{\Delta})$ — показатель сходимости (характеристика составляющей случайной составляющей погрешности, соответствующая содержанию показателя в пробе).

Б.3.4 Если $d_к \le d$, то сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, и по ним может быть вычислен результат определения содержания компонента в рабочей пробе или при контрольном определении.

Б.3.5 При превышении норматива ВОК сходимости определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива определение приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Б.4 Алгоритм проведения внутреннего оперативного контроля воспроизводимости

Б.4.1 Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочей пробы, которую делят на две части и выдают двум аналитикам или одному и тому

же аналитику, но через определенный промежуток времени, в течение которого условия проведения определения остаются стабильными и соответствующими условиям проведения первого контрольного определения.

При проведении определения одним и тем же аналитиком должны оставаться неизменными условия проведения анализа и состав контролируемой пробы, которая выдается обязательно «шифрованной».

Результаты признают удовлетворительными, если выполняется условие

$$D_к = |X_1 - X_2| \le D, \qquad (Б.6)$$

где D — норматив внутреннего оперативного контроля воспроизводимости;

X_1 — результат первого количественного определения показателя;

X_2 — результат повторного количественного определения показателя;

$D_к$ — результат, полученный при контрольном определении.

Б.4.2 Если норматив внутреннего оперативного контроля воспроизводимости в методике отсутствует, то его рассчитывают по формуле

$$D = Q\,(P, m)\,\sigma\,(\mathring{\Delta}) \text{ или } D = Q'\,(P, m)\,\sigma\,(\mathring{\Delta}), \qquad (Б.7)$$

где $\sigma\,(\mathring{\Delta})$ — показатель воспроизводимости (характеристика случайной составляющей погрешности, соответствующая содержанию компонента $\overline{X}_{ср}$ в пробе):

$$\overline{X}_{ср} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}, \qquad (Б.8)$$

$Q(P, m) = 2{,}77$ при $m = 2$, $P = 0{,}95$;

$Q'(P, m) = 2{,}8$ при $m = 2$, $P = 0{,}95$.

Б.4.3 При превышении норматива ВОК воспроизводимости определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Библиография

[1] МИ 2427—97 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка состояния измерений в испытательных и измерительных лабораториях

[2] МУК 4.2.671—97 Методические указания. Методы контроля. Биологические и микробиологические факторы. Методы санитарно-микробиологического анализа питьевой воды. Утверждены Минздравом России, М., 1997

[3] МУК 4.2.668—97 Методические указания. Методы контроля. Биологические и микробиологические факторы. Санитарно-паразитологическое исследование. Утверждены Минздравом России, М., 1997

[4] ИСО 8467—93 Качество воды. Определение перманганатного индекса.
Указания по внедрению ГОСТ 2761—84 «Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила выбора». Утверждены Минздравом СССР, М., 1986

[5] РД 52.24.476—95 Методические указания. ИК-фотометрическое определение нефтепродуктов в водах. Утверждены Росгидрометом

[6] РД 52.24.488—95 Методические указания. Фотометрическое определение суммарного содержания летучих фенолов в воде после отгонки с паром. Утверждены Росгидрометом.
ИСО 6439—90 Качество воды. Определение фенольного индекса с 4-амино-антипирином. Спектрометрические методы после перегонки

[7] РД 52.24.377—95 Методические указания. Атомно-абсорбционное определение металлов (Al, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn) в поверхностных водах суши с прямой электротермической атомизацией проб. Утверждены Росгидрометом

[8] ИСО 11885—96 Качество воды. Определение 33 элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой

[9] МУК 4.1.057—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации веществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[10] УМИ-87 Унифицированные методы исследования качества вод. Часть 1, кн. 2, 3. Методы химического анализа вод. СЭВ, М., 1987

[11] РД 52.24.377—95 Методические указания. Атомно-абсорбционное определение металлов (Al, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn) в поверхностных водах суши с прямой электротермической атомизацией проб. Утверждены Росгидрометом

[12] ИСО 9390—90 Качество воды. Определение бората. Спектрометрический метод с использованием азометина-Н

[13] МУК 4.1.057—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации веществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[14] РД 52.24.436—95 Методические указания. Фотометрическое определение в водах кадмия с кадионом. Утверждены Росгидрометом

[15] ИСО 5961—94 Качество воды. Определение кадмия атомно-абсорбционной спектрометрией.
ИСО 8288—86 Качество воды. Определение содержания кобальта, никеля, меди, цинка, кадмия и свинца. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени.
РД 52.24.377—95 Методические указания. Атомно-абсорбционное определение металлов (Al, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn) в поверхностных водах суши с прямой электротермической атомизацией проб. Утверждены Росгидрометом

[16] РД 52.24.377—95 Методические указания. Атомно-абсорбционное определение металлов (Al, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn) в поверхностных водах суши с прямой электротермической атомизацией проб. Утверждены Росгидрометом.
ИСО 8288—86 Качество воды. Определение содержания кобальта, никеля, меди, цинка, кадмия и свинца. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

[17] МУК 4.1.063—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации веществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[18] РД 52.24.371—95 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации меди, свинца и кадмия в поверхностных водах суши инверсионным вольтамперометрическим методом. Утверждены Росгидрометом

[19] РД 52.24.378—95 Методические указания. Инверсионное вольтамперометрическое определение мышьяка в водах. Утверждены Росгидрометом

[20] РД 33-5.3.02—96 Качество вод. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации мышьяка в природных и очищенных сточных водах титриметрическим методом с солью свинца в присутствии дитизона

[21] РД 20.1:2:3.19—95 Методики выполнения измерений бериллия, ванадия, висмута, кадмия, кобальта, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы в питьевых природных и сточных водах

[22] РД 52.24.494—95 Методические указания. Фотометрическое определение никеля с диметилглиоксимом в поверхностных водах суши. Утверждены Росгидрометом

[23] РД 52.24.380—95 Методические указания. Фотометрическое определение в водах нитратов с реактивом Грисса после восстановления в кадмиевом редукторе. Утверждены Росгидрометом

[24] ИСО 7890-1—86 Качество воды. Определение содержания нитратов. Часть 1. Спектрометрический метод с применением 2,6-диметилфенола.
ИСО 7890-2—86 Качество воды. Определение содержания нитратов. Часть 2. Спектрометрический метод с применением 4-фторфенола после перегонки.
ИСО 7890-3—88 Качество воды. Определение содержания нитратов. Часть 3. Спектрометрический метод с применением сульфосалициловой кислоты

[25] ИСО 10304-1—92 Качество воды. Определение растворенных фторида, хлорида, нитрита, ортофосфата, бромида, нитрата и сульфата методом жидкостной ионной хроматографии. Часть 1. Метод для вод с малыми степенями загрязнения.
ИСО 10304-2—95 Качество воды. Определение растворенных бромида, хлорида, нитрата, нитрита, ортофосфата и сульфата методом жидкостной ионной хроматографии. Часть 2. Метод для загрязненных вод

[26] ИСО 6777—84 Качество воды. Определение нитритов. Молекулярно-абсорбционный спектрометрический метод

[27] МУК 4.1.065—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации веществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[28] ПНД Ф 14.1:2:4.41—95 Методика выполнения измерений массовой концентрации свинца криолюминесцентным методом в пробах природной, питьевой и сточной воды на анализаторе жидкости «Флюорат-02». Утверждена Минприроды России

[29] МУК 4.1.067—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации веществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[30] РД 52.24.377—95 Методические указания. Атомно-абсорбционное определение металлов (Al, Ag, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn) в поверхностных водах суши с прямой электротермической атомизацией проб. Утверждены Росгидрометом.
ИСО 9174—90 Качество воды. Определение содержания общего хрома. Спектрометрические методы атомной абсорбции

[31] РД 52.24.446—95 Методические указания. Фотометрическое определение в водах хрома (VI) с дифенилкарбазидом. Утверждены Росгидрометом

[32] МУК 4.1.062—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации ве-

ществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[33] ИСО 6703-1—84 Качество воды. Определение содержания цианидов. Часть 1. Определение общего содержания цианидов.
ИСО 6703-2—84 Качество воды. Определение содержания цианидов. Часть 2. Определение содержания легковыделяемых цианидов.
ИСО 6703-3—84 Качество воды. Определение содержания цианидов. Часть 3. Определение содержания хлористого циана

[34] МУК 4.1.058—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.057-96 — МУК 4.1.081-96. Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации веществ люминесцентными методами в объектах окружающей среды. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[35] РД 52.24.373—95 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации цинка в поверхностных водах суши инверсионным вольтамперометрическим методом. Утверждены Росгидрометом

[36] РД 52.24.438—95 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации дикотекса и 2,4-Д в поверхностных водах суши газохроматографическим методом. Утверждены Росгидрометом

[37] МУК 4.1.646—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.646-96 — МУК 4.1.660-96. Методы контроля. Химические факторы. Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Утверждены Минздравом России, М., 1996

[38] РД 52.24.473—95 Методические указания. Газохроматографическое определение летучих ароматических углеводородов в водах. Утверждены Росгидрометом.
МУК 4.1.650—96 Сборник методических указаний МУК 4.1.646-96 — МУК 4.1.660-96. Методы контроля. Химические факторы. Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Утвержден Минздравом России, М., 1996

[39] РД 52.24.440—95 Методические указания. Определение суммарного содержания 4—7-ядерных полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в водах с использованием тонкослойной хроматографии в сочетании с люминесценцией. Утверждены Росгидрометом

[40] РД 52.24.482—95 Методические указания. Газохроматографическое определение летучих хлорзамещенных углеводородов в водах. Утверждены Росгидрометом

[41] РД 52.24.492—95 Методические указания. Фотометрическое определение в водах формальдегида с ацетилацетоном. Утверждены Росгидрометом

[42] ПНД Ф 14.1:2:4.120—96 Методика выполнения измерений массовой концентрации формальдегида флуориметрическим методом в пробах природной, питьевой и сточной воды на анализаторе жидкости «Флюорат-02». Утверждена Минприроды России

[43] РД 52.24.432—95 Методические указания. Фотометрическое определение кремния в виде синей (восстановленной) формы молибдокремневой кислоты в поверхностных водах суши. Утверждены Росгидрометом.
РД 52.24.433—95 Методические указания. Фотометрическое определение кремния в виде желтой формы молибдокремневой кислоты в поверхностных водах суши. Утверждены Росгидрометом

[44] ИСО 7027—90 Качество воды. Определение мутности

[45] ИСО 9696—92 Качество воды. Измерение «большой альфа»-активности в неминерализованной воде. Метод с применением концентрированного источника

[46] ИСО 9697—92 Качество воды. Измерение «большой бета»-активности в неминерализованной воде

[47] МИ 2334—95 Рекомендация. ГСИ. Смеси аттестованные. Порядок разработки, аттестации и применения

[48] МИ 2335—95 Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 663.6:006.354 ОКС 13.060.20 Н08 ОКП 01 3100

Ключевые слова: вода питьевая, методы определения, производственный контроль, качество питьевой воды