

4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Методика измерений массовой концентрации  
формальдегида в пробах питьевых, природных, очищенных  
сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом**

**Методические указания по методам контроля  
МУК 4.1.007-13**

Издание официальное

Федеральное медико-биологическое агентство

Москва 2013

## ПРЕДИСЛОВИЕ

1. Разработана Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный научный центр Российской Федерации – Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» Федерального медико-биологического агентства (ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России) (Л.П.Болтромецук, Т.В.Рябова).
2. Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Метрологической службой Федерального государственного бюджетного учреждения Государственный научный центр Российской Федерации «Федеральный медицинский биофизический центр имени А.И. Бурназяна» ФМБА России. Свидетельство об аттестации № 222.0167/01.00258/2012 от 17.07.2012 г.
3. Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 18 февраля 2013 г. №01).
4. Утверждены и введены в действие заместителем руководителя Федерального медико-биологического агентства, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям «Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения» 2013 г.
5. Введены взамен МУК 4.1.030-08 «Методика выполнения измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод фотоколориметрическим методом».

**Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ**

**«О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения»**

«...Санитарно-эпидемиологическое благополучие населения – состояние здоровья населения, среды обитания человека, при котором отсутствует вредное воздействие среды обитания на человека и обеспечиваются благоприятные условия его жизнедеятельности...» (статья 1).

«Критерии безопасности и (или) безвредности для человека водных объектов, в том числе предельно допустимые концентрации в воде химических, биологических веществ, микроорганизмов, уровень радиационного фона устанавливаются санитарными правилами» (статья 18).

«Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц (статья 39).

«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность, в соответствии с законодательством Российской Федерации (статья 55).

## СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
<b>1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ.....</b>	4
<b>2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	5
<b>3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ.....</b>	7
<b>4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ.....</b>	9
4.1 Физико-химические и токсические свойства формальдегида.....	9
4.2 Метод измерений.....	10
4.3 Требования к показателям точности измерений.....	10
<b>5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ.....</b>	11
5.1 Средства измерений.....	11
5.2 Вспомогательные устройства и материалы.....	12
5.3 Реактивы.....	12
<b>6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ.....</b>	12
<b>7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ.....</b>	14
<b>8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ.....</b>	14
<b>9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ.....</b>	14
9.1 Подготовка фотометра к работе.....	14
9.2 Приготовление растворов.....	14
<b>10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ.....</b>	15
<b>11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.....</b>	16
11.1 Анализ проб.....	16
11.2 Построение градуировочных графиков.....	17
11.3 Контроль стабильности градуировочного графика.....	20
<b>12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....</b>	21
<b>13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....</b>	21
<b>14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ.....</b>	22
<b>15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ.....</b>	22
<b>БИБЛИОГРАФИЯ.....</b>	24
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ .....</b>	25

УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель руководителя Федерального  
медицинско-биологического агентства  
Государственный санитарный  
надзор в Российской Федерации  
и надзор в ведомственных организациях и  
наиболее опасных территориях



Б. В. Романов  
2013 г.  
Действует с момента утверждения

#### 4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Методика измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных и очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом

#### Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.001 - 13

---

### I ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящие методические указания по методам контроля устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, природных и очищенных сточных талых (снег) вод в диапазоне (0,025 – 4,000) мг/дм<sup>3</sup>.

1.2 Методика предназначена для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих оценку соответствия гигиеническому нормативу содержания формальдегида в пробах воды, а также может быть использована в производственных лабораториях предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования» (зарегистрированы в Министерстве юстиции Российской Федерации 19 мая 2003 г., регистрационный № 4568)

ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению

ГОСТ 8.207-76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

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 12.0.003-74 Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация

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 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

ГОСТ 12.1.010-76 Система стандартов безопасности труда. Взрывоопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.004-74 Система стандартов безопасности труда. Респираторы фильтрующие противогазовые РПГ-67. Технические условия

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.1.1.01-77 Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения

- ГОСТ 17.1.3.08-82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод
- ГОСТ 17.1.3.13-86 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнения
- 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 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия
- ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы, бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий
- ГОСТ 22153-76 Реактивы. Гидразин дигидрохлорид. Технические условия
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-8) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
- ГОСТ Р 1.4-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организаций. Общие положения
- ГОСТ Р 1.5-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения
- ГОСТ Р 8.563-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений
- ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ Р ИСО 5725(1-6)-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений
- Примечание* - При использовании методикой целесообразно проверять действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по

состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании методикой следует руководствоваться замещающим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящих методических указаниях применяют следующие термины с соответствующими определениями:

- **методика измерений:** Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности;
- **результат измерений:** Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений /ГОСТ Р ИСО 5725-1/;
- **аттестация методик выполнения измерений:** Исследование и подтверждение соответствия методик выполнения измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям;
- **методические указания по методам контроля (МУК):** Документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения /Р 1.1.002, Р 1.1.003/ [1,2];
- **показатель точности измерений:** Установленная характеристика точности любого результата измерения, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений /ГОСТ Р 8.563/;
- **аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь); АС:** Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величин, характеризующих состав смеси /РМГ 60/ [3];
- **метрологические характеристики АС:** Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценивания погрешностей этих результатов /РМГ 60/ [3];

- **аттестуемая характеристика АС:** Величина, характеризующая содержание определенного компонента вещества (материала) АС, значение которой подлежит установлению при аттестации АС /РМГ 60 / [3];
- **аттестованное значение АС:** Значение аттестуемой характеристики АС, установленное при аттестации АС /РМГ 60 / [3];
- **погрешность аттестованного значения АС (погрешность АС):** Отклонение аттестованного значения АС от истинного значения аттестуемой характеристики экземпляра;
- **метрологические характеристики АС:** Характеристики, предназначенные для определения результатов измерений, выполняемых с применением АС, а также для оценки погрешностей этих результатов /РМГ 60 / [3];
- **природная вода:** Воды Земли с содержащимися в них твердыми, жидкими и газообразными веществами / ГОСТ 19179/;
- **поверхностные воды:** Воды, находящиеся на поверхности суши в виде различных водных объектов / ГОСТ 19179/;
- **сточная вода (в том числе сточная нормативно-очищенная):** Воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека /ГОСТ 17.1.1.01/;
- **нормативно-очищенные сточные воды:** Сточные воды, отведение которых после очистки в водные объекты не приводит к нарушению норм качества воды в контролируемом створе /ГОСТ 17.1.1.01/;
- **питьевая вода:** Вода по качеству в естественном состоянии или после подготовки отвечающая гигиеническим нормативам и предназначенная для удовлетворения питьевых и бытовых потребностей человека либо для производства продукции, потребляемой человеком /ГОСТ 30813/;
- **проба воды:** Определенный объем воды, отобранный для исследования её состава и свойств /ГОСТ 30813/;
- **вода водных объектов хозяйствственно-питьевого и культурно - бытового водопользования:** Подземные и поверхностные водоисточники, используемые для централизованного и нецентрализованного водоснабжения населения, для рекреационного и культурно-бытового водопользования, а также питьевая вода и вода в системах горячего водоснабжения / ГН 2.1.5.1315/;
- **предельно допустимая концентрация (ПДК) химического вещества в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования:**

Максимальная концентрация вещества в воде, которая при поступлении в организм в течение всей жизни не должна оказывать прямого или опосредованного влияния на здоровье населения в настоящем и последующем поколениях, в том числе в отдаленные сроки жизни, а также не ухудшать гигиенические условия водопользования /ГН 2.1.5.1315/;

- предельно допустимая концентрация веществ в воде: Концентрация веществ в воде, выше которой вода непригодна для одного или нескольких видов водопользования /ГОСТ 27065/.

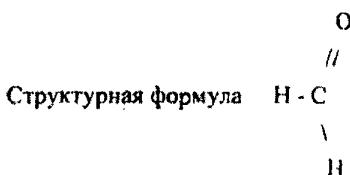
## 4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

### 4.1 Физико-химические и токсические свойства формальдегида [4]

Формальдегид.

Химическое название по IUPAC – метаналь

Молекулярная формула  $\text{CH}_2\text{O}$



Регистрационный номер по CAS 50-00-0

Молекулярная масса 30,03

Формальдегид – бесцветный газ с резким специфическим запахом. Точка кипения  $19^{\circ}\text{C}$ , точка плавления  $92^{\circ}\text{C}$ . Хорошо растворим в воде. 40% водный раствор формальдегида носит название формалина. Формальдегид легко полимеризуется, образуя параформальдегид.

Формальдегид относится к веществам 2 класса опасности. Обладает резко выраженным действием на слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаза. При однократном воздействии отмечалось обильное слюнотечение, выделение пенистой жидкости из носа, иногда рвота, затруднение дыхания, одышка, снижение артериального давления. При повторном и длительном поступлении проявляет кумулятивные свойства. При попадании раствора формалина на кожу могут возникнуть лерматиты.

Порог раздражающего действия формальдегида для человека составляет (1 – 2,4)  $\text{мг}/\text{м}^3$ , порог запаха – (0,05 – 0,3)  $\text{мг}/\text{м}^3$ .

Формальдегид устойчив в воде, почве, растениях. В природе встречается постоянно вследствие фотохимического окисления метана; в результате взаимодействия различных химических высокоактивных элементов (азот и др.) с углеводородами и некоторыми другими продуктами; при попадании с выхлопными газами автотранспорта и др. Содержится

и в незагрязнённой воде в концентрациях (0,005 – 0,0075) мг/дм<sup>3</sup>. Как продукт жизнедеятельности формальдегид является естественным компонентом живого организма, содержится в ряде овощей и фруктовых культур. В томатах, моркови, редисе, шпинате содержится от (0,0033 до 0,01) мг/кг, яблоках и зеленом луке – (0,0133 – 0,0263) мг/кг.

Предельно допустимая концентрация формальдегида в воде водных объектов хозяйствственно-питьевого и культурно бытового водопользования – 0,05 мг/дм<sup>3</sup> (ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйствственно-питьевого и культурно-бытового водопользования»).

#### 4.2 Метод измерений

Метод измерений основан на взаимодействии формальдегида с динатриевой солью хромотроповой кислоты с образованием в среде концентрированной серной кислоты комплекса красно – фиолетового цвета.

#### 4.3 Требования к показателям точности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель правильности (граница относительной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta_c$ , %	Показатель точности (граница относительной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta$ , %
Питьевые воды				
от 0,025 до 0,200 вкл.	6	11	8	23
св. 0,200 до 4,000 вкл.	4	8	6	17
Природные, сточные и талые (спец) воды				
от 0,025 до 0,200 вкл.	6	11	8	23
св. 0,200 до 4,000 вкл.	4	8	6	17

Значения показателя точности методики используют при:

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

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

## 5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

### 5.1 Средства измерений

Таблица 2-Средства измерений

Наименование средства измерения (обозначение стандарта, ТУ, ТД на СИ)	Наименование измеряемой величины	Погрешность
Фотометр фотозелектрический КФК-3, ТУ 3-3.2164-89 [5]	оптическая плотность	3 %
Весы лабораторные ВЛР-200, 2-го класса, ГОСТ Р 53228-2008, ГОСТ 24104-2001 [6]	миллиграмм	0,75
Весы электронные Scout SC2020, «OHAUS», 4-го класса, ГОСТ 24104-2001 [6]	грамм	0,01
Пипетки мерные, ГОСТ 29227-91 2-1-2-1 2-1-2-5 2-1-2-10	кубический сантиметр	± 0,01 ± 0,05 ± 0,05
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74 2-50-2 2-100-2 2-200-2	кубический сантиметр	± 0,1 ± 0,2 ± 0,4
Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74 1-25 или 3-25	кубический сантиметр	± 0,3 ± 0,3
Стаканы мерные, ГОСТ 25336-82 В-1-50 ХС В-1-500 ХС	кубический сантиметр	± 1,0 ± 2,0
Государственный стандартный образец состава раствора формальдегида с массовой концентрацией 1 мг/см <sup>3</sup> , ГСО 7347-96	миллиграмм в кубическом сантиметре	1 %

## 5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Плитка электрическая	ГОСТ 14919-83
Баня водяная с электроподогревом	ТУ 64-1-7850-76 [7]
Штативы для пробирок на 40 гнезд	ТУ У 25.2-14307481-046:2008 [8]
Воронка делительная вместимостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336-82
Прибор для отгонки проб, состоящий из следующих деталей:	Рисунок 1
- колба круглодонная тип ККШ вместимостью 250 или 500 см <sup>3</sup> , 29/32 ТС с дефлектом	ГОСТ 25336-82
14/23	
- холодильник типа ХШ 200 14/23	ГОСТ 25336-82
- приемник-цилиндр мерный 1-25 или 3-25	ГОСТ 1770-74
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181-76 [9]
Штатив лабораторный ШЛ -02	ТУ У 33.1-14310460-10712001 [10]
Дистиллятор ДЭ-40	ТУ 9452-002-22213860-00 [11]
Линейка чертежная	ГОСТ 17435-72

## 5.3 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Серная кислота, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Хромотроповой кислоты динатриевая соль - 1,8-диксинафтилин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль, х.ч.	ТУ 6-09-05-1371-88 [12]
Натрия гидрооксид, х.ч.	ГОСТ 4328-77
Гидразин солянокислый, ч.д.а.	ГОСТ 22153-76

**Примечание:** Допускается применение иных средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной методики. Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений концентраций формальдегида соблюдаются следующие требования:

К работе допускаются лица, сдавшие экзамен по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004.

Работы по подготовке и проведению измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории – ГОСТ 12.0.003, с химическими реагентами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007, при эксплуатации электрооборудования – ГОСТ Р 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования по-жаро- и взрывоопасности, установленные ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Стандартный образец формальдегида находится в запаянной маркированной стеклянной ампуле, которая хранится в холодильнике.

Все работы – вскрытие ампулы, приготовление растворов формальдегида следует осуществлять в вытяжном шкафу в резиновых перчатках при температуре в помещении  $(20\pm2)^\circ\text{C}$ . При этом температура в течение всех процедур не должна изменяться больше, чем на  $0,5^\circ\text{C}$ .

При использовании и работе со стандартными образцами следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007. Содержание формальдегида в воздухе не должно превышать в соответствии с ГОСТ 12.1.005, величину гигиенического норматива формальдегида в воздухе рабочих помещений, равную  $0,5 \text{ мг}/\text{м}^3$  (ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»).

В комнате в период работы не должно быть источников открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находиться:

- противогаз;
- средства тушения (песок, асбестовое одеяло, совок, огнетушитель любой марки).

Отработанные растворы формальдегида разбавляют водой до величины гигиенического норматива (ГН 2.1.5.1315-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйствственно-питьевого и культурно-бытового водопользования») –  $0,05 \text{ мг}/\text{дм}^3$  и сливают в канализацию.

Остатки почвы, загрязненной формальдегидом, заливают водой из расчета не менее 1:2, встряхивают, сливают экстракт в специальную емкость, разбавляют, при необходимости, до величины гигиенического норматива и сливают в канализацию. Почву помещают в контейнер для мусора.

При случайных проливах засыпают песком, который затем отправляют на выжигание.

При проливах рабочих растворов место пролива дегазируют 10% раствором хлорного железа или хлорной извести.

Все работы по дегазации проводят в противогазе и резиновых перчатках.

При попадании формальдегида или его растворов на кожу его сразу обильно смывают водой, затем моют водой с мылом. При попадании в глаза следует немедленно сильно промыть водой, затем 0,5% раствором борной кислоты и отправить пострадавшего в медпункт.

## 7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию не ниже лаборанта – химика со средним специальным образованием, ознакомленные с действующими правилами и техникой безопасности работы с формальдегидом.

## 8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

Температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$	-10...+35
Атмосферное давление, мм рт. ст.	630 - 800
Относительная влажность воздуха, %	30 - 85
Напряжение в сети, В	220 $\pm$ 20
Частота питающей сети, Гц	50 $\pm$ 0,5

## 9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

### 9.1 Подготовка фотометра к работе

Подготовка фотометра к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

### 9.2 Приготовление растворов

#### 10.2.1 Приготовление 2% раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты

Взвешивают на аналитических весах 2 г динатриевой соли хромотроповой кислоты, вносят в колбу вместимостью 100  $\text{cm}^3$ , доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение рабочего дня.

### 9.2.2 Приготовление 40% раствора едкого натрия

В термостойком стакане растворяют 40 г едкого натрия в 60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 9.2.3 Приготовление 0,1 N раствора серной кислоты

В мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> наливают 50-70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, осторожно добавляют 0,56 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют до метки дистиллированную воду и перемешивают.

### 9.2.4 Приготовление аттестованных растворов формальдегида

#### 9.2.4.1 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 1 с массовой

концентрацией формальдегида 10 мкг/см<sup>3</sup>

Вскрывают ампулу ГСО с концентрацией формальдегида 1 мг/см<sup>3</sup>, помещают в сухую пробирку с притертой пробкой. С помощью пипетки вместимостью 1 см<sup>3</sup> отбирают 0,5 см<sup>3</sup> раствора ГСО, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор устойчив в течение рабочего дня.

#### 9.2.4.2 Приготовление аттестованного рабочего раствора № 2 с массовой

концентрацией формальдегида 1 мкг/см<sup>3</sup>

Пипеткой вместимостью 10 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> аттестованного рабочего раствора № 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор устойчив в течение рабочего дня.

Примечание: Формулы расчета аттестованных значений и характеристик погрешности аттестованных значений массовых концентраций формальдегида в растворах, проводимого по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [3], приведены в Приложении.

## 10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб питьевой воды производится по ГОСТ Р 51593, проб из источников водоснабжения и сточных вод - по ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ Р 51592. Объем отобранный пробы 100-150 см<sup>3</sup>. Срок хранения – не более суток при температуре не более 10°C.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 11.1 Анализ проб

Одновременно анализируют две параллельные пробы.

#### 11.1.1 Ход измерения массовой концентрации формальдегида в питьевой воде

В пробирки вносят 2 см<sup>3</sup> анализируемой пробы, 3 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> 2% раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты (п.9.2.1), осторожно перемешивают и ставят в кипящую водяную баню на 30 минут. После охлаждения до комнатной температуры измеряют оптическую плотность растворов на фотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 590 нм относительно одновременно приготовленной контрольной пробы.

Для приготовления контрольной пробы берут 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше.

Концентрацию формальдегида находят по градуировочному графику.

#### 11.1.2 Ход измерения массовой концентрации формальдегида в природной и очищенной сточной воде

В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 20 см<sup>3</sup> анализируемой пробы, доводят 40% едким натрием (п.9.2.2) до pH 8-9, добавляют 0,5 г солянокислого гидразина, тщательно перемешивают и оставляют стоять на 20 минут. Затем всё переносят в колбу прибора для отгонки проб (рис. 1), добавляют 5 см<sup>3</sup> едкого натрия, подсоединяют колбу к холодильнику и отгоняют 20 см<sup>3</sup> пробы в мерный цилиндр или мерный стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, в который предварительно наливают 2 см<sup>3</sup> 0,1 N раствора серной кислоты. На мерном стакане ставят метку, соответствующую 22 см<sup>3</sup>.

Пипеткой отбирают 2 см<sup>3</sup> оттона, помещают в пробирку, добавляют 3 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> 2% раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты (п.9.2.1) и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 минут. После охлаждения до комнатной температуры измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 590 нм относительно одновременно приготовленной контрольной пробы.

Для приготовления контрольной пробы берут 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и дальнейшую подготовку проводят в тех же условиях, как описано выше.

Концентрацию формальдегида находят по градуировочному графику.

## 11.2 Построение градуировочных графиков

Градуировочные графики, выражающие зависимость оптической плотности растворов от массовой концентрации формальдегида, устанавливают по десяти градуировочным растворам.

### 11.2.1 Построение градуировочного графика при определении формальдегида в питьевой воде

Для построения градуировочного графика в ряд пробирок добавляют аттестованные рабочие растворы формальдегида и дистиллированную воду в соответствии с таблицей 3. Дальнейшую подготовку и анализ проводят, как описано выше при анализе проб питьевой воды (п.11.1.1).

Таблица 3-Алгоритм приготовления градуировочных растворов формальдегида для построения градуировочного графика.

Состав градуировочного раствора	Номера градуировочного раствора										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Аттестованный раствор с массовой концентрацией формальдегида, 1,0 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8				
Аттестованный раствор с массовой концентрацией формальдегида, 10,0 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>								0,1	0,2	0,4	0,8
Дистиллированная вода, см <sup>3</sup>	2,0	1,95	1,9	1,8	1,6	1,4	1,2	1,9	1,8	1,6	1,2
Содержание формальдегида в пробе, мкг	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	4,0	8,0
Массовая концентрация формальдегида, мг/дм <sup>3</sup>	0	0,025	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	1,0	2,0	4,0

Прибор для отгонки проб

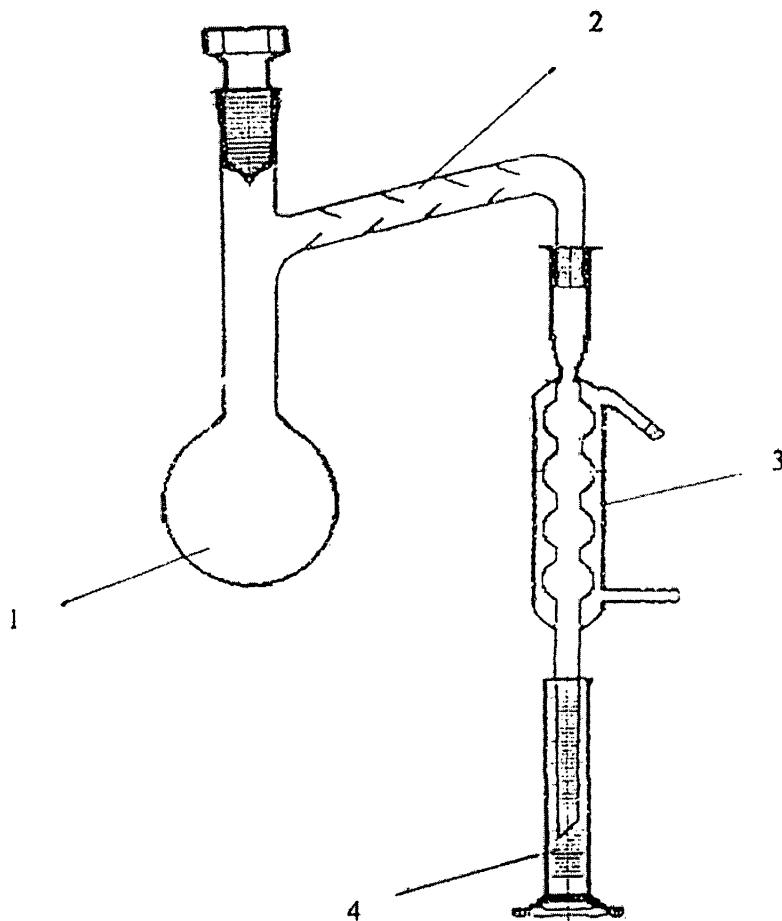


Рис. 1

- 1 Колба перегонная вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup>
- 2 Дефлегматор
- 3 Холодильник шариковый
- 4 Приемник - цилиндр

### 11.2.2 Построение градуировочного графика при определении формальдегида в природных и очищенных сточных водах

Для построения градуировочного графика в ряд конических колб добавляют аттестованные рабочие растворы формальдегида и дистиллированную воду в соответствии с таблицей 4. Доводят 40% раствором едкого натрия до pH 8-9 и дальнейшую подготовку и анализ проводят, как описано выше при анализе проб природных и очищенных сточных вод (п.11.1.2).

При построении графиков необходимо провести не менее 10 измерений каждой из десяти концентраций формальдегида в течение нескольких дней, готовя при этом новые рабочие аттестованные растворы. По среднегарифмическим результатам строят градуировочные графики, откладывая по оси абсцисс концентрацию формальдегида в мг/дм<sup>3</sup>, по оси ординат - оптическую плотность.

Таблица 4-Алгоритм приготовления градуировочных растворов формальдегида для построения градуировочного графика.

Состав градуировочного раствора	Номера градуировочного раствора										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Аттестован- ный раствор с массовой концентраци- ей формаль- дегида, 1,0 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	0	0,5	1,0	2,0							
Аттестован- ный раствор с массовой концентраци- ей формаль- дегида, 10,0 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>					0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	4,0	8,0
Дистиллиро- ванная вода, см <sup>3</sup>	20,0	19,5	19,0	18,0	19,6	19,4	19,2	19,0	18,0	16,0	12,0
Содержание формальдеги- да в пробе, мкг	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	20,0	40,0	80,0
Массовая концентрация формальдеги- да, мг/дм <sup>3</sup>	0	0,025	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	1,0	2,0	4,0

При замене реагентов и средств измерения градуировочный график строят заново.

### 11.3 Контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика необходимо проводить перед выполнением анализов каждой партии проб, поступивших на анализ.

Для этого берут не менее трех градуировочных растворов формальдегида и анализируют, как описано выше.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого выбранного образца, следующего условия:

$$X - C \leq \Delta_{rp}, \quad (1)$$

где:  $X$  - результат измерения массовой концентрации формальдегида в градуировочном растворе,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$C$  - аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в градуировочном растворе,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$\Delta_{rp}$  - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

Значения  $\Delta_{rp}$  устанавливают при построении градуировочного графика. При этом для каждого градуировочного раствора по соответствующим формулам рассчитывают:

- среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации формальдегида:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (2)$$

где:  $n$  - число измерений;

$X_i$  - результат измерения массовой концентрации формальдегида в  $i$ -ой пробе градуировочного раствора,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

- среднее квадратическое отклонение результата измерения:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta \bar{X}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \quad (4)$$

где:  $t$  - коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

- относительную погрешность результата измерения:

$$\delta_{\varphi} = \frac{\Delta \bar{X}_i}{\bar{X}_i} \cdot 100\%; \quad \Delta_{rp} = 0,01 \delta_{rp} \cdot C, \text{ мг/дм}^3 \quad (5)$$

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию формальдегида в каждой параллельной пробе в  $\text{мг/дм}^3$  находят по градуировочному графику. Если пробы предварительно разбавлялись, учитывают разведение.

За результат анализа ( $\bar{X}$ ) принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$  ( $\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$ ), расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения пределов повторяемости ( $\bar{r}$ ) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

При превышении предела повторяемости ( $\bar{r}$ ) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. При повторном превышении предела повторяемости необходимо выяснить причины получения неприемлемых результатов параллельных определений и устраниить их.

Таблица 5-Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, $\text{мг/дм}^3$	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $\bar{r}, \%$
Питьевые воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	17
св. 0,200 до 4,000 вкл.	11
Природные, сточные и талые (снег) воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	17
св. 0,200 до 4,000 вкл.	11

## 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения  $\bar{X}$  в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде:  $\bar{X} \pm \Delta$ ,  $P=0,95$ , где  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$  ( $\bar{X}$  – массовая концентрация формальдегида в пробе).

Значения  $\delta$  приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$\bar{X} \pm \Delta_x$ ,  $P=0,95$ , при условии  $\Delta_x < \Delta$ ,

где:  $\bar{X}$  - результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm\Delta_l$  - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечивающее контролем стабильности результатов измерений.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости руководителем организации (предприятия), подпись которого заверяется печатью.

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

#### 14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения пределов воспроизводимости приведены в таблице 6.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 6-Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Питьевые воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	30
св. 0,200 до 4,000 вкл.	22
Природные, сточные и талые (снег) воды	
от 0,025 до 0,200 вкл.	30
св. 0,200 до 4,000 вкл.	22

#### 15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

#### **Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок.**

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K_d$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = \left| \bar{X}' - \bar{X} - C \right|, \quad (6)$$

где:  $\bar{X}'$  - результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе с известной добавкой;

$\bar{X}$  - результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе;

$C$  - величина добавки.

Норматив контроля  $K_d$  рассчитывают по формуле:

$$K_d = \sqrt{(\Delta_{\mu})^2 + (\Delta_{\alpha})^2}, \quad (7)$$

где:  $\Delta_{\mu}$ ,  $\Delta_{\alpha}$  - значения характеристик погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики и соответствующие массовой концентрации формальдегида в пробе с добавкой и в рабочей пробе соответственно.

$\Delta_{\mu} = 0,01 \delta_{\mu} \bar{X}$  ( $\bar{X}$  - массовая концентрация формальдегида в пробе);

$\Delta_{\alpha} = 0,01 \delta_{\alpha} \bar{X}'$  ( $\bar{X}'$  - массовая концентрация формальдегида в пробе с добавкой). Значения  $\delta_{\mu}$  ( $\delta_{\alpha}$ ) установлены в лаборатории.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$K_k \leq K_d \quad (8)$$

При невыполнении условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

## БИБЛИОГРАФИЯ

- [1] Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования
- [2] Р 1.1.003-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Общие требования к построению, изложению и оформлению нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования
- [3] РМГ60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
- [4] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник. Под общей редакцией проф., д.м.н. В.В. Уйба. Москва, 2011 г.
- [5] ТУ 3-3.2164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3
- [6] ТУ 25-7713-89 Весы лабораторные электронные 4-го класса модели ВЛС 134
- [7] ТУ 64-1-7850-76 Бани водяные лабораторные (212.988.001 ТУ)
- [8] ТУ У 25.2-14307481-046:2008 Штативы для пробирок II-10, II-20, II-40
- [9] ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14. Технические условия
- [10] ТУ У 33.14310460-107-2001 Штатив лабораторный ИЛ-02
- [11] ТУ 9452-002-22213860-00 Дистиллятор ДЭ-40
- [12] ТУ 6-09-05-1371-88 Хромотроповой кислоты динатриевая соль 1,8-диоксинафталин-3,6-дисульфокислоты динатриевая соль, х.ч.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### РАСЧЕТ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ И ХАРАКТЕРИСТИК ПОГРЕШНОСТИ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФОРМАЛЬДЕГИДА В РАСТВОРАХ.

#### 1 Расчет аттестованного значения массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 1

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида рассчитывают по формуле:

$$a_1 = \frac{C \cdot V_1}{V_2}, \text{ мг/см}^3,$$

где:  $C$  - концентрация формальдегида в растворе ГСО,  $\text{мг/см}^3$ ;  $C = 1 \text{ мг/см}^3$ ;

$V_1$  - объем раствора ГСО, взятого для приготовления рабочего раствора № 1,  $\text{см}^3$ ;

$V_1 = 0,5 \text{ см}^3$ ;

$V_2$  - объем приготовленного раствора № 1,  $\text{см}^3$ ;  $V_2 = 50 \text{ см}^3$ .

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 1 составляет  $0,01 \text{ мг/см}^3$  или  $10 \text{ мкг/см}^3$ .

#### 2 Расчет характеристики погрешности

Характеристику погрешности массовой концентрации формальдегида в растворе рассчитывают по процедуре приготовления (в соответствии с РМГ 60) по формуле:

$$\Delta_1 = a_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta C}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3,$$

где:  $\Delta V_1$  - характеристика погрешности установления объема  $V_1$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки),  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_1 = 0,01 \text{ см}^3$ ;

$\Delta V_2$  - характеристика погрешности установления объема  $V_2$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы),  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_2 = 0,12 \text{ см}^3$ ;

$\Delta C$  - характеристика погрешности аттестованного значения массовой концентрации формальдегида в ГСО,  $\text{мг/см}^3$ ;  $\Delta C = 1\%$  или  $0,01 \text{ мг/см}^3$ .

Характеристика погрешности массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 1 составляет  $0,23 \text{ мкг/см}^3$ .

#### 3 Расчет аттестованного значения массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 2

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида рассчитывают по формуле:

$$a_2 = \frac{a_1 V_3}{V_4} \text{, мг/см}^3,$$

где:  $V_3$  - объем аттестованного рабочего раствора № 1, взятого для приготовления рабочего раствора № 2, см<sup>3</sup>;  $V_3 = 10 \text{ см}^3$ ;

$V_4$  - объем приготовленного рабочего раствора № 2, см<sup>3</sup>;  $V_4 = 100 \text{ см}^3$ .

Аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 2 составляет 1 мкг/см<sup>3</sup>.

#### 4 Расчет характеристики погрешности

Характеристику погрешности массовой концентрации формальдегида в растворе рассчитывают по процедуре приготовления (в соответствии с РМГ 60) по формуле:

$$\Delta_2 = a_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta a_1}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_4}{V_4}\right)^2} \text{, мкг/см}^3,$$

где:  $\Delta V_3$  - характеристика погрешности установления объема  $V_3$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_3 = 0,1 \text{ см}^3$ ;

$\Delta V_4$  - характеристика погрешности установления объема  $V_4$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>;  $\Delta V_4 = 0,2 \text{ см}^3$ ;

Характеристика погрешности массовой концентрации формальдегида в рабочем растворе № 2 составляет 0,025 мкг/см<sup>3</sup>.



000883

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ  
(Росстандарт)  
Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»  
(ФГУП «УНИИМ»)  
Государственный научный метрологический институт

## СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0167/01.00258/2012

Методика измерений массовой концентрации формальдегида в пробах питьевых, наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости, природных, очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом, объект измерений, дополнительных параметров и реалистичный способ измерений

предназначенная для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, область использования

разработанная ФГУ "ФМБЦ им. А.И.Бурназяна" ФМБА России (123182, Москва, наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику ул. Живописная, 46)

и содержащаяся в Методических указаниях по методам контроля ФМБА России обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц

"Методика измерений массовой концентрации формальдегида в питьевых природных очищенных сточных и талых (снег) вод фотометрическим методом", год утверждения 2012, на 26 стр.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по теоретических и (или) экспериментальных исследований разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563 соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе

С.В.Медведевских

Зав. лабораторией

О.Б. Пономарева

Дата выдачи

17.07.2012

Рекомендуемый срок пересмотра  
методики измерений:

17.07.2017

**Приложение к свидетельству № 222.0 167/01.00258/2012  
об аттестации методики выполнения измерений  
массовой концентрации формальдегида в пробах  
питьевых, природных, очищенных сточных и талых (снег) вод  
фотометрическим методом**

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности Р=0.95), $\pm\delta_c$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности Р=0.95), $\pm\delta$ , %
от 0.025 до 0.2 вкл..	6	11	8	23
св. 0.2 до 4.0 вкл.	4	8	6	17

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0.95

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $\tau$ , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), $R$ , %
от 0.025 до 0.2 вкл.	17	30
св. 0.2 до 4.0 вкл.	11	22

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности)

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются во внутренних документах лаборатории.

Вед. инженер ФГУП «УНИИМ»,  
эксперт-метролог  
(сертификат РУМ 02.33.00219-2)

Белобородова Г.И.

Дата выдачи: 17.07.2012 г.