

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**



**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ  
СУХОГО И ПРОКАЛЕННОГО ОСТАТКА  
В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД  
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПНД Ф 14.1:2:4.261-2010**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА  
(издание 2015 г.)**

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой концентрации сухого и прокаленного остатка в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом. Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые (в том числе расфасованные в емкости), воды природные пресные (поверхностные и подземные, в том числе источники водоснабжения), воды сточные (производственные, хозяйствственно-бытовые, ливневые и очищенные).

**П р и м е ч а н и е –** Допускается применение методики для анализа вод бассейнов и аквапарков, талых вод, технических вод и проб снежного покрова.

Диапазон измерений массовых концентраций сухого и прокаленного остатков составляет от 1,0 до 35000 мг/дм<sup>3</sup>.

Сухой остаток характеризует общее содержание в воде растворенных веществ, главным образом минеральных и частично органических веществ, имеющих температуру кипения выше 105 °С, нелетучих с водяным паром и не разлагающихся при данной температуре.

**П р и м е ч а н и е –** Допускается для сточной воды наряду с термином «сухой остаток» применять термин «минерализация (плотный остаток)».

Прокаленный остаток дает представление о содержании в пробе воды минеральных веществ.

Разность между величинами сухого остатка и прокаленного остатка равна величине потерь при прокаливании, по которой можно судить о содержании органических веществ.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении А.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 4147-74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия.

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

ГОСТ 4234-77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия.

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

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

ГОСТ 31862-2012 Вода питьевая. Отбор проб.

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

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

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

ГОСТ Р 56237-2014 Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах.

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

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

**П р и м е ч а н и е –** Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ**

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

**Таблица 1 – Диапазон измерений сухого и прокаленного остатка, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$ , %
От 1 до 50 включ.	6	8,5	17
Св. 50 до 5000 включ.	3	4,5	9
Св. 5000 до 35000 включ.	2	3,5	7

#### 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Гравиметрический метод определения сухого остатка основан на выпаривании аликовотной части профильтрованной анализируемой пробы воды, высушивании полученного остатка при температуре  $(105 \pm 2)$  °C и его взвешивании.

Гравиметрический метод определения прокаленного остатка основан на выпаривании аликовотной части профильтрованной анализируемой пробы воды, прокаливании полученного остатка при температуре  $(600 \pm 20)$  °C и его взвешивании.

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

#### 5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ ОИМЛ Р 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Баня водяная лабораторная, обеспечивающая поддержание температуры до  $(100 \pm 2)$  °C, любой модели.

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

5.1.4 Испаритель ротационный любого типа с отгонной колбой вместимостью 1000 или 2000 см<sup>3</sup>.

5.1.5 Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

5.1.6 Печь муфельная с рабочей камерой, футерованной керамическим муфелем, обеспечивающая температуру  $(600 \pm 20)$  °C.

5.1.7 Установка для фильтрования с вакуумным насосом.

5.1.8 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре (2 – 10) °С.

5.1.9 Шкаф сушильный общелабораторного назначения, обеспечивающий температуру (105 ± 2) °С.

5.1.10 Мензурки вместимостью 50; 100 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

5.1.11 Цилиндры мерные вместимостью 50; 100 и 250 см<sup>3</sup>, исполнения 1 по ГОСТ 1770.

5.1.12 Емкости из стекла или полимерного материала вместимостью 500 и 1000 см<sup>3</sup> для отбора проб.

5.1.13 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

5.1.14 Стаканы вместимостью 250 и 1000 см<sup>3</sup>, исполнения 1 по ГОСТ 25336.

5.1.15 Флакон из стекла или полимерного материала для хранения раствора соляной кислоты вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

5.1.16 Чаши кварцевые вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 19908.

5.1.17 Чашки выпарительные фарфоровые вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 9147.

5.1.18 Щипцы тигельные.

5.1.19 Эксикатор по ГОСТ 25336.

## 5.2 Реактивы и материалы

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

5.2.2 Железо (III) хлорид 6-водный, ч. по ГОСТ 4147 (насыщенный раствор для маркировки чашек).

5.2.3 Калий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4234 или стандарт-титр c(KCl)=0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 Н) по ТУ 2642-001-56278322.

5.2.4 Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

5.2.5 Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233 или стандарт-титр c(NaCl)=0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 Н) по ТУ 2642-001-56278322.

5.2.6 Силикагель технический по ТУ 6-09-31-107 или силикагель с индикатором влажности (например, производства фирмы Merck) для заполнения эксикаторов.

5.2.7 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

5.2.8 Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (например, производства фирмы Millipore или фирмы Владипор).

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

## 5.3 Стандартные образцы

Стандартный образец (далее – СО) массовой концентрации сухого остатка воды с относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 1% при доверительной вероятности Р=0,95.

**П р и м е ч а н и я –**

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки. Испытательное оборудование должно быть аттестовано в установленные сроки.

3 Допускается использование другого оборудования, материалов и реагентов с метрологическими и техническими характеристиками, не хуже, чем у вышеуказанных.

**6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ**

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

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

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

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

**7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА**

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

**8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

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

**9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**

9.1 Отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862<sup>1</sup>. Отбор проб воды осуществляют в емкости из стекла или полимерного материала. Пробы снега отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и переводят в талую воду при комнатной температуре. Объем отбираемой пробы воды составляет от 500 до 1000 см<sup>3</sup>. Например, для анализа сточной воды рекомендуется использовать 500 см<sup>3</sup> воды, для питьевой – не менее 1000 см<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> – В Российской Федерации с 01.01.2016 г. следует пользоваться ГОСТ Р 56237-2014.

9.2 Пробу анализируют в день отбора, не консервируют. Допускается хранение пробы не более 24 часов при охлаждении до (2 – 10) °С.

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

- цель анализа;
- место, дата и время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

## 10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 10.1 Приготовление раствора соляной кислоты массовой доли 6 %

В стакане из термостойкого стекла вместимостью 1000 см<sup>3</sup> смешивают 150 см<sup>3</sup> соляной кислоты с 850 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Смесь хранят под тягой во флаконе с притертой пробкой. Срок хранения – 6 месяцев при комнатной температуре.

### 10.2 Подготовка фарфоровых чашек

#### 10.2.1 Маркировка фарфоровых чашек

Тонкой деревянной палочкой или спичкой на фарфоровые чашки наносят идентификационные метки (номера) насыщенным раствором хлорного железа. Затем чашки ставят в муфельную печь, предварительно нагретую до (600 ± 20) °С на (5 – 10) мин. Метки приобретают коричневую окраску и не смываются водой и растворами кислот.

#### 10.2.2 Прокаливание и взвешивание чашек

Промаркованные фарфоровые чашки промывают раствором соляной кислоты, приготовленной по 10.1, затем дистиллированной водой, подсушивают на воздухе и прокаливают при (600 ± 20) °С в течение 20 минут, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают. Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы (т.е. до тех пор, пока расхождение значений между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,0005 г). Значения массы чашки записывают в рабочем журнале ( $M_{2,i}$ ).

#### П р и м е ч а н и я –

1 Допускается для выполнения измерений использование кварцевых чашек, подготовленных по приведенной процедуре.

2 Если одни и те же чашки используют ежедневно, при этом их массы изменяются в допустимых пределах (± 0,0005 г), разрешается проведение одного прокаливания при температуре (600 ± 20) °С в течение часа с последующим взвешиванием.

3 Если выполняется определение только сухого остатка, то фарфоровые или кварцевые чашки высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение четырех часов до достижения постоянной массы.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 11.1 Определение сухого остатка

Для определения берут от 25 до 1000 см<sup>3</sup> анализируемой пробы воды в зависимости от предполагаемой массовой концентрации сухого или прокаленного остатка. Объем выбирают таким образом, чтобы масса привеса чашки после выпаривания и высушивания составила более 0,0010 г.

Аликвотную часть пробы воды, предварительно профильтрованную через фильтр «синяя лента» и отобранные мензуркой или цилиндром, помещают в фарфоровую чашку, подготовленную по 10.2.2, и выпаривают на водяной бане досуха. Выпаривание на водяной бане проб воды проводят в вытяжном шкафу.

При выпаривании чашку наполняют водой не более чем на 3/4 объема, постепенно прибавляя оставшуюся воду по мере упаривания пробы.

П р и м е ч а н и е – Если аликвотная часть пробы воды составляет (500 – 1000) см<sup>3</sup>, то допускается проводить выпаривание с применением ротационного испарителя. Воду упаривают приблизительно до 50 см<sup>3</sup>, затем количественно переносят в выпарную чашку и выпаривают на водяной бане досуха.

При анализе питьевых и природных вод допускается фильтрование пробы воды через мембранный фильтр с помощью установки для фильтрования.

После выпаривания внешнюю поверхность чашки с сухим остатком тщательно вытирают фильтровальной бумагой и помещают в сушильный шкаф, нагретый до (105 ± 2) °С, высушивают в течение трех часов, охлаждают в эксикаторе, взвешивают.

Высушивание, охлаждение в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы, т.е. до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0005 г. Результаты взвешивания записывают в рабочем журнале ( $M_{1i}$ ).

### 11.2 Определение прокаленного остатка

Чашку с сухим остатком помещают в муфельную печь, предварительно нагретую до (600 ± 20) °С, и прокаливают в течение 20 минут. Охлаждают чашку в эксикаторе до температуры окружающей среды. После полного охлаждения чашку с остатком взвешивают. Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы, т.е. до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0005 г.

Если после первого прокаливания остаток в чашке имеет черный цвет, то его смачивают дистиллированной водой (приблизительно 10 см<sup>3</sup>), и далее повторяют прокаливание, охлаждение до температуры окружающей среды и взвешивание до достижения постоянной массы. Результаты взвешивания записывают в рабочем журнале ( $M_{3i}$ ).

**Примечание –** Допускается при определении сухого остатка проводить высушивание образца в течение 4 часов, а при определении прокаленного остатка прокаливание в течение 1 часа с последующим охлаждением в эксикаторе до температуры окружающей среды и однократным взвешиванием.

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

### 12.1 Сухой остаток

Массовую концентрацию сухого остатка  $X_c$  (мг/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле

$$X_c = \frac{(M_1 - M_2)}{V} \cdot 10^6,$$

где

$M_1$  – масса чашки с высушенным остатком, г;

$M_2$  – масса пустой чашки, г;

$V$  – аликовотная часть пробы воды, см<sup>3</sup>;

$10^6$  – коэффициент пересчета единиц измерения г/см<sup>3</sup> в мг/дм<sup>3</sup>.

### 12.2 Прокаленный остаток

Массовую концентрацию прокаленного остатка  $X_n$  (мг/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$X_n = \frac{(M_3 - M_2)}{V} \cdot 10^6,$$

где

$M_3$  – масса чашки с прокаленным остатком, г;

$M_2$  – масса пустой чашки, г;

$V$  – аликовотная часть пробы воды, см<sup>3</sup>;

$10^6$  – коэффициент пересчета единиц измерения г/см<sup>3</sup> в мг/дм<sup>3</sup>.

## 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений, как правило, в протоколах анализов представляют в виде:

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

где  $\Delta$  – характеристика абсолютной погрешности, которую рассчитывают по формуле

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

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

Результаты измерений округляют с точностью до:

при массовой концентрации:

от 1 до 10 мг/дм <sup>3</sup>	– 0,1 мг/дм <sup>3</sup>
от 10 до 1000 мг/дм <sup>3</sup>	– 1 мг/дм <sup>3</sup>
от 1000 до 10000 мг/дм <sup>3</sup>	– 10 мг/дм <sup>3</sup>
свыше 10000 мг/дм <sup>3</sup>	– 100 мг/дм <sup>3</sup>

## 14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

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

Значения предела повторяемости ( $r$ ) приведены в таблице 3.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

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

Значения предела воспроизводимости ( $R$ ) приведены в таблице 3.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

**Т а б л и ц а 3 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, %
От 1 до 50 включ.	17	24
Св. 50 до 5000 включ.	8	13
Св. 5000 до 35000 включ.	6	10

## 15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 В случае регулярного выполнения измерений по методике рекомендуется проводить контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости,

среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности с помощью контрольных карт в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

Периодичность контроля стабильности результатов измерений регламентируются во внутренних документах лаборатории.

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

Оперативный контроль проводят с помощью образца для контроля (OK). Образец для контроля (OK) готовят с использованием СО (например, СО общей минерализации воды), веществ гарантированной чистоты (например, натрий хлористый или калий хлористый или из стандарт-титров калия хлористого или натрия хлористого) и дистиллированной воды. При использовании веществ гарантированной чистоты или стандарт-титров раствор OK готовят таким образом, чтобы массовая концентрация сухого остатка в OK приближалась к значению массовой концентрации в реальных пробах в конкретной лаборатории.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры ( $K_k$ ) с нормативом контроля ( $K$ ).

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

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

где

$X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации сухого или прокаленного остатка в образце для контроля,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ ;

$C$  – аттестованное значение массовой концентрации сухого или прокаленного остатка в образце для контроля,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_n,$$

где  $\Delta_n$  – характеристика абсолютной погрешности аттестованного значения массовой концентрации сухого или прокаленного остатка в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ .

Причина – Допускается  $\Delta_n$  рассчитывать по формуле  $\Delta_n = 0,84 \cdot \Delta$ , где  $\Delta$  – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики.

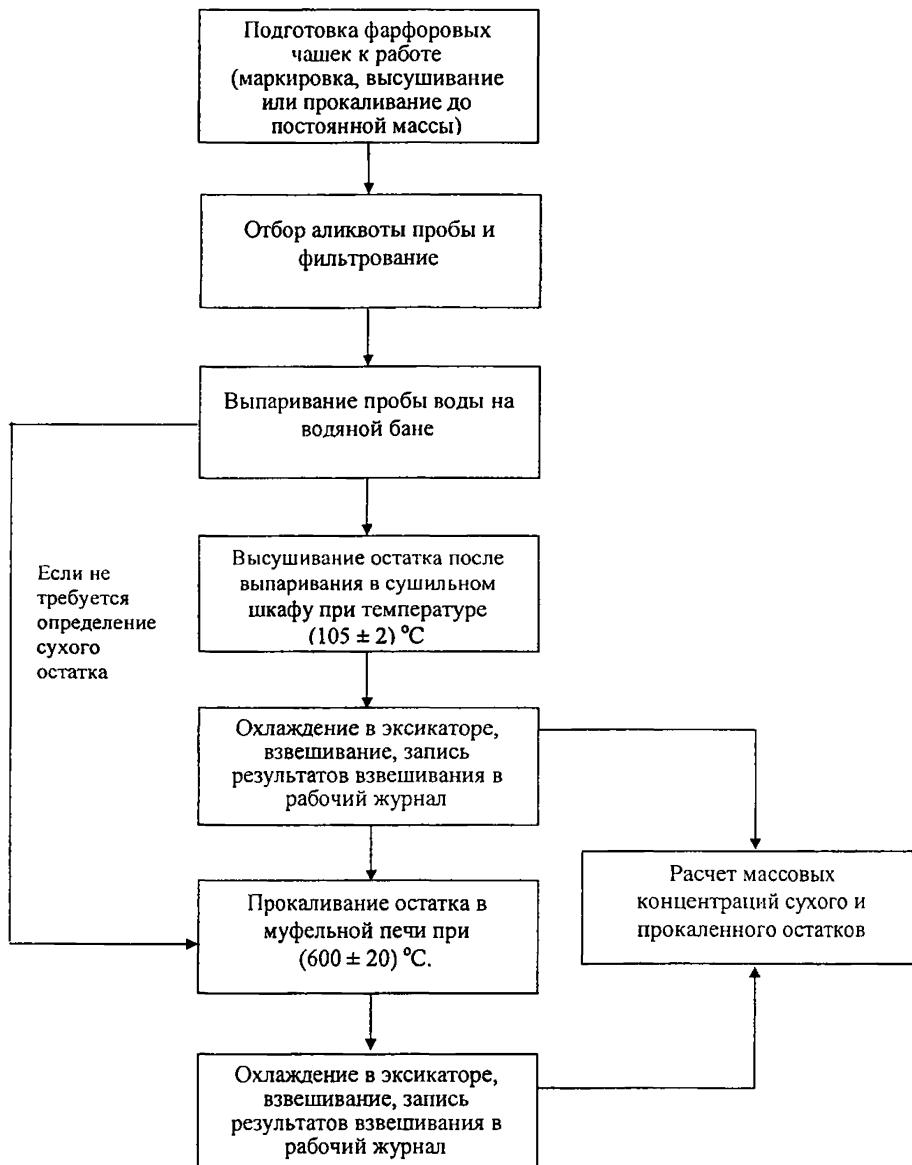
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K.$$

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

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

## БЛОК – СХЕМА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУХОГО И ПРОКАЛЕННОГО ОСТАТКОВ



Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации № RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен ПНД Ф предыдущего издания и действует до выхода нового издания.

Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах <http://www.fundmetrology.ru/> в разделе «Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений» и <http://www.rossalab.ru/> в разделе «Методики анализа».

Заместитель директора ФБУ «ФЦАО»

А.Б.Сучков

**Разработчик:**

© ЗАО «РОСА», 2010

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

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

<http://www.rossalab.ru>

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

---

## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-025-RA.RU.310657-2015  
 об аттестации методики (метода) измерений  
 массовой концентрации сухого и прокаленного остатка в пробах питьевых,  
 природных, сточных вод гравиметрическим методом  
 на 1 листе  
**(обязательное)**

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений определяемой характеристики, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$ , %
От 1 до 50 включ.	6	8,5	17
Св. 50 до 5000 включ.	3	4,5	9
Св. 5000 до 35000 включ.	2	3,5	7

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН

Л.А. Игнатенкова

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ  
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»  
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)**

**СВИДЕТЕЛЬСТВО  
ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ**

**№ 88-16207-025-RA.RU.310657-2015**

*Методика измерений массовой концентрации сухого и прокаленного остатка в пробах питьевых, природных, сточных вод гравиметрическим методом,*

разработанная ЗАО «РОСА» (119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35),

предназначенная для контроля состава питьевых, природных, сточных вод

и регламентированная в документе ПНД Ф 14.1:2:4.261-10 (издание 2015 г.) «Методика измерений массовой концентрации сухого и прокаленного остатка в пробах питьевых, природных и сточных вод гравиметрическим методом», утвержденном в 2015 г., на 11 стр.

Методика измерений аттестована в соответствии с ФЗ № 102 от 26 июня 2008 г.  
«Об обеспечении единства измерений»

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

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства

28 октября 2015 г.

Начальник АХУ УрО РАН

Р.В. Зиновьев

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН

Л.А.Игнатенкова

