

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель Председателя  
Государственного комитета РФ  
по охране окружающей среды



*А. А. Соловьянов*  
А. А. Соловьянов  
21 " *мая* 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА  
В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД  
ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.100-97

Методика допущена для целей государственного экологического  
контроля

МОСКВА 1997 г.  
(издание 2004 г.)

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них величины химического потребления кислорода (ХПК) при содержании органических веществ, эквивалентном потреблению молекулярного кислорода в диапазоне от 4,0 до 80,0 мг/дм<sup>3</sup> титриметрическим методом без концентрирования пробы.

При величине ХПК > 50 мг/дм<sup>3</sup> определение следует проводить при соответствующем разбавлении пробы дистиллированной водой.

Определению мешают хлориды, сульфиды, соединения железа(II), нитриты и другие неорганические вещества, способные окисляться бихроматом в кислой среде.

Мешающие влияния устраняют в соответствии с п. 10.

## 2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Титриметрический метод определения ХПК основан на окислении органических веществ избытком бихромата калия в растворе серной кислоты при нагревании в присутствии катализатора - сульфата серебра. Остаток бихромата калия находят титрованием раствором соли Мора и по разности определяют количество  $K_2Cr_2O_7$ , израсходованное на окисление органических веществ.

## 3. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений величины ХПК, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное средне-квадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>r</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное средне-квадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>R</sub> , %
от 4.0 до 10.0 вкл	30	10	15
св 10.0 до 80.0 вкл.	24	8	12

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

#### 4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

##### 4.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
СО с аттестованным содержанием ХПК с погрешностью не более 1 % при $P = 0,95$	
Колбы мерные, наливные 2-500-2	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 1(3)-1-2-1 1(3)-1-2-2	ГОСТ 29227
Пипетки с одной меткой 2-2-5 2-2-10 2-2-20 2-2-50	ГОСТ 29169
Бюретка 1-3-2-25-0,1	ГОСТ 29251
Цилиндры мерные или мензурки 1(3)-25 1(3)-50 1(3)-100 1(3)-250 1(3)-1000	ГОСТ 1770

#### 4.2. Вспомогательные устройства

Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130°C	
Бани песчаные	
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/18	ГОСТ 25336
Стаканы химические В-1-500 ХС	ГОСТ 25336
В-1-1000 ТХС	
Колбы конические Кн-2-500-34 ТС	ГОСТ 25336
Капельница 2-50 ХС	ГОСТ 25336
Эксикатор	ГОСТ 9147
Капилляры стеклянные	
Установки для определения ХПК в составе:	
Колба К-1-250-29/32 ТС или колба Гр-250-29/32	ГОСТ 25336
Обратный холодильник ХПТ-2-400-29/32 ХС	ГОСТ 25336
Воронка В-56-80 ХС	ГОСТ 25336
Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47	ТУ-3616-001-32953279-97

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерений и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.п. 4.1 и 4.2.

#### 4.3. Реактивы и материалы

Бихромат калия (калий двуххромовокислый)	ГОСТ 4220
Соль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	ГОСТ 4208
Сульфат серебра	ТУ 6-09-3703
Сульфат ртути(II)	ГОСТ 5588
Гидроксид натрия	ГОСТ 4328
Серная кислота	ГОСТ 4204
N-фенилантраниловая кислота или Ферроин $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{FeSO}_4$ или	ТУ 6-09-3703
1,10-фенантролин моногидрат $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ или	ТУ 6-09-1256
1,10-фенантролин сульфат $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$	ТУ 6-09-05-90
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181

Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА ТУ6-55-221-1029-89  
или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм)  
или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» ТУ 6-09-1678  
Вода дистиллированная ГОСТ 6709

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже ч.д.а.

## 5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

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

## 6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой титриметрического метода анализа.

## 7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха  $(22\pm 6)^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление  $(84-106)$  кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре  $25^\circ\text{C}$ ;
- частота переменного тока  $(50\pm 1)$  Гц;
- напряжение в сети  $(220\pm 22)$  В.

## 8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1. Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

8.2. Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, моют хромовой смесью, затем тщательно (не менее 10 раз) промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой.

8.3. Пробы воды отбирают в стеклянную посуду с пробками, не загрязняющими пробу органическими соединениями.

В зависимости от целей анализа определение ХПК можно проводить в нефильтованной или фильтрованной пробе. В последнем случае пробу предварительно фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный двукратным кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров «синяя лента», промытых дистиллированной водой. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 100 см<sup>3</sup>.

8.4. Определение ХПК, особенно в загрязненных водах, следует проводить как можно скорее после отбора пробы. Допускается хранение пробы при температуре не выше 4°C не более суток при консервации добавлением раствора серной кислоты (1:2) из расчета 2 см<sup>3</sup> на каждые 100 см<sup>3</sup> пробы воды.

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

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

## 9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1. Приготовление растворов и реактивов

#### 9.1.1. Раствор бихромата калия с концентрацией 0,25 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента.

6,129 г бихромата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105°C, количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой темной склянке в течение 6 мес.

#### 9.1.2. Раствор бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента.

50 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия с концентрацией 0,25 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте не более 6 мес.

**9.1.3. Раствор соли Мора с концентрацией 0,25 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента.**

49,0 г соли Мора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде, осторожно добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и после охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 6 мес.

**9.1.4. Раствор соли Мора с концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента.**

50 см<sup>3</sup> раствора соли Мора с концентрацией 0,25 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 3 мес.

Точную концентрацию раствора устанавливают ежедневно или перед серией определений в соответствии с п. 10.2.

**9.1.5. Раствор индикатора.**

В качестве индикатора используют раствор N-фенилантрапиновой кислоты или ферроина (комплекс сульфата железа(II) с 1,10-фенантролином).

Для приготовления раствора N-фенилантрапиновой кислоты 0,25 г реактива растворяют в 12 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (для ускорения процесса раствор можно слегка подогреть) и разбавляют дистиллированной водой до 250 см<sup>3</sup>.

Для приготовления раствора ферроина 2,43 г индикатора растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

При приготовлении раствора ферроина на основе 1,10-фенантролина растворяют 0,980 г соли Мора (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 2,085 г 1,10-фенантролина моногидрата или 2,93 г сульфата и перемешивают до растворения последнего.

Раствор индикатора хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 3 мес.

**9.1.6. Раствор гидроксида натрия, 0,4 %.**

0,4 г NaOH растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 2 мес.

**9.1.7. Раствор сульфата серебра.**

5,0 г Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> растворяют в 1 дм<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив в склянке из темного стекла в течение 6 мес.

**9.2. Установление точной концентрации раствора соли Мора**

Пипеткой вместимостью 10 см<sup>3</sup> отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента (п. 9.1.2), переносят в

коническую колбу, добавляют 180 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 20 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют в пробу 3-4 капли индикатора ферроина или 10 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора с концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента (п. 9.1.4) до перехода окраски из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Титрование повторяют и при отсутствии расхождения в объемах титранта более 0,05 см<sup>3</sup> за результат принимают среднее значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см<sup>3</sup>.

Точную концентрацию раствора соли Мора находят по формуле:

$$C_m = \frac{C_6 \cdot V_6}{V_m},$$

где  $C_m$  - концентрация раствора соли Мора, моль/дм<sup>3</sup> эквивалента;  
 $C_6$  - концентрация раствора бихромата калия, моль/дм<sup>3</sup> эквивалента;  
 $V_6$  - объем раствора бихромата калия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;  
 $V_m$  - объем раствора соли Мора, пошедший на титрование см<sup>3</sup>.

## 10. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающее влияние хлоридов при концентрациях менее 300 мг/дм<sup>3</sup> устраняется за счет присутствия в пробе катализатора (сульфата серебра). При больших содержаниях хлоридов к пробе добавляют сульфат ртути(II) из расчета 100 мг на 10 мг хлоридов.

Мешающее влияние сульфидов и соединений железа(II) устраняют предварительной продувкой пробы воды воздухом, если она не содержит летучих органических соединений, или учитывают при расчете ХПК. В последнем случае определяют их концентрации и пересчитывают на величины ХПК, исходя из того, что 1 мг H<sub>2</sub>S и 1 мг Fe<sup>2+</sup> эквивалентны соответственно 0,47 и 0,14 мг O<sub>2</sub>. Таким же образом учитывают влияние нитритов (1 мг NO<sub>2</sub> эквивалентен 0,35 мг O<sub>2</sub>).

## 11. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 11.1. Выполнение измерений в водах с низкой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в пробе анализируемой воды составляет менее 300 мг/дм<sup>3</sup>, в колбу со шлифом установки для определения ХПК вносят с помощью пипетки 20 см<sup>3</sup> воды (или аликвоту, доведенную



дистиллированной водой до 20 см<sup>3</sup>), добавляют 10,0 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента (п. 9.1.2) и 30 см<sup>3</sup> раствора сульфата серебра в концентрированной серной кислоте. Для равномерного кипения в колбу бросают 2-3 капилляра, присоединяют к ней обратный холодильник и кипятят содержимое на песчаной бане в течение 2 ч.

После охлаждения установки промывают холодильник дистиллированной водой (около 50 см<sup>3</sup>), отсоединяют его, добавляют в колбу, обмывая ее стенки, еще 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, вновь охлаждают, переносят пробу в коническую колбу, дважды споласкивая колбу, где кипятилась проба, дистиллированной водой (по 20-30 см<sup>3</sup>). Добавляют 3-4 капли раствора ферроина (или 10 капель раствора фенилантраниловой кислоты) и титруют избыток непрореагировавшего бихромата калия раствором соли Мора (п. 9.1.4) до перехода окраски индикатора из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Аналогичным образом проводят холостой опыт с 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

## 11.2. Выполнение измерений в водах с высокой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в воде превышает 300 мг/дм<sup>3</sup>, к отобранной для анализа пробе (20 см<sup>3</sup> или меньшей аликвоте, доведенной до 20 см<sup>3</sup> дистиллированной водой) добавляют сульфат ртути из расчета 100 мг на каждые 10 мг содержащихся в пробе хлоридов и тщательно перемешивают. Далее выполняют определение, как описано в п. 11.1. Наличие небольшого количества осадка, образовавшегося после добавления сульфата ртути, не мешает определению.

## 12. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Величину ХПК (бихроматной окисляемости) анализируемой пробы воды  $X$  находят по формуле:

$$X = \frac{8,0 \cdot (V_{\text{мк}} - V_{\text{м}}) \cdot C_{\text{м}} \cdot 1000}{V},$$

где  $V_{\text{мк}}$  - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в холостом опыте, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{м}}$  - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в пробы воды, см<sup>3</sup>;

$C_m$  - концентрация раствора соли Мора, моль/дм<sup>3</sup> эквивалента;

$V$  - объем пробы воды, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

8,0 – масса миллиграмм-эквивалента кислорода, мг.

Если величина ХПК в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (80 мг/дм<sup>3</sup>), разбавляют пробу с таким расчетом, чтобы величина ХПК входила в регламентированный диапазон, и выполняют определение в соответствии с п. 11.2.

В этом случае величину ХПК в анализируемой пробе воды  $X$  находят по формуле:

$$X = X_V \frac{V_V}{v},$$

где  $X_V$  - величина ХПК в разбавленной пробе воды, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_V$  - объем пробы воды после разбавления, см<sup>3</sup>;

$v$  - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см<sup>3</sup>;

**12.2.** Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела воспроизводимости при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений величины ХПК, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 4.0 до 10.0 вкл.	42
св. 10.0 до 80.0 вкл.	34

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

### 13. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа  $X$  в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3, P=0.95,$$

где  $\Delta$  - показатель точности методики.  
Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  
$$\Delta = 0.01 \cdot \delta \cdot X$$

Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Если проводилось разбавление пробы воды из-за превышения величины ХПК верхней границы диапазона, значение  $\delta$  выбирают из таблицы 1 для величины ХПК в разбавленной пробе воды  $X_r$ .

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

$$X \pm \Delta_n, \text{ мкг/дм}^3, P=0.95,$$

при условии  $\Delta_n < \Delta$ ,

где  $X$  – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_n$  - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

#### 14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

##### 14.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_x = | X' - X - C_o |,$$

где  $X'$  - результат анализа величины ХПК в пробе с известной добавкой,

$X$  - результат анализа величины ХПК в исходной пробе,

$C_o$  - величина добавки.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,X'}^2 + \Delta_{n,X}^2},$$

где  $\Delta_{n,X'}$ ,  $\Delta_{n,X}$  - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие величине ХПК в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

**Примечание.** Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:  $\Delta_n = 0.84 \cdot \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \tag{1}$$

При невыполнении условия (1) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

#### 14.2. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_x$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_x$  рассчитывают по формуле:

$$K_x = | X_x - C |$$

где  $X_x$  - результат анализа величины ХПК в образце для контроля,  
 $C$  - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

где  $\pm \Delta_n$  - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

*Примечание.* Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:  $\Delta_n = 0.84 \cdot \Delta$  с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ**

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY»- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, лаб. 224

Факс: (3432) 502-117  
Телефон: (3432) 502-295  
E-mail: paneva@uniim.ru

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia

Fax: (3432) 502-117  
Phone: (3432) 502-295  
E-mail: paneva@uniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.134 / 2004**

**C E R T I F I C A T E**

**об аттестации методики выполнения измерений**

Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом, разработанная ООО НПП «АкваТест» (г. Ростов-на-Дону), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

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

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

**1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, 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 точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$ , %
от 4 до 10 вкл.	10	15	30
св. 10 до 80 вкл.	8	12	24

**2. Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при 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, %
от 4 до 10 вкл.	42
св. 10 до 80 вкл.	34

**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 оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 01.06.2004 г.

Срок действия до 01.06.2009 г.



Зам. директора по научной работе

И.Е.Добровинский



2218

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

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.02.102/2008

Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в пробах  
наименование измеряемой величины; объекта

природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом,  
и метода измерений

разработанная ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),  
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов  
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ.

по разработке методики выполнения измерений  
теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

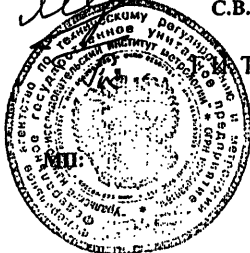
С.В. Медведевских

Зав. лабораторией

Терентьев

Дата выдачи: 27.10.2008 г.

Срок действия:



**Приложение к свидетельству № 223.1.01.02.102/2008  
об аттестации методики выполнения измерений  
химического потребления кислорода  
в пробах природных и очищенных сточных вод  
титриметрическим методом**

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

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_T$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta$ , %
от 4 до 10 включ.	10	15	30
св. 10 до 80 включ.	8	12	24

**2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при 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), $R$ , %
от 4 до 10 включ.	42
св. 10 до 80 включ.	34

**3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:**

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

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

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник  
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ»

*Логеринг*

О.В. Кочергина