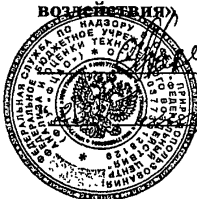


**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

**УТВЕРЖДАЮ**

**И.о. директора ФБУ «Федеральный  
центр анализа и оценки техногенного  
воздействия»**



**С.А. Хахалин**

**2011 г.**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИРОВ В ПОВЕРХНОСТНЫХ  
И СТОЧНЫХ ВОДАХ  
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**ПНД Ф 14.1:2.122-97**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА 1997 г.  
(издание 2011 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н.



В.С. Талисманов

**Разработчик:**

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)

Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86

Телефон: (495) 943-29-44

Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96

E-mail: [info@fcao.ru](mailto:info@fcao.ru), [www.fcao.ru](http://www.fcao.ru).

---

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

## 1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации жиров в поверхностных и сточных водах гравиметрическим методом.

Диапазон измерений от 0,5 до 50 мг/дм<sup>3</sup>.

## 2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений<sup>1</sup> – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u$ , %	Расширенная относительная неопределенность <sup>2</sup> , $U$ при коэффициенте охвата $k = 2$ , %
От 0,5 до 1 включ.	15	30
Св. 1 до 10 включ.	9	18
Св. 10 до 50 включ.	5,5	11

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

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

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, оборудование, реактивы и материалы:

### 3.1 Средства измерений и вспомогательные оборудование

Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008.

<sup>1</sup> В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

<sup>2</sup> Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности  $P = 0,95$

Государственные стандартные образцы (ГСО) содержания жиров в водорастворимой матрице. Интервал допускаемых аттестованных значений от 0,2 до 0,22 г/дм<sup>3</sup>. Относительная погрешность аттестованных значений составляет 2,5% при  $P=0,95$ .

Цилиндры 2-500; 2-1000, ГОСТ 1770-74.

Воронки ВД-3-1000; ВД-3-2000 ХС, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические К-250-ТХС, ГОСТ 25336-82.

Чашки фарфоровые 3,4,5, ГОСТ 9147-80.

Стаканчики для взвешивания (бюксы), ГОСТ 25336-82.

Аппарат Сокслета, ГОСТ 25336-82.

Экстракционные патроны.

Колонка хроматографическая стеклянная (внутренний диаметр 10 мм).

Холодильник, ГОСТ 25336-82.

Шкаф сушильный.

Колбы мерные наливные 2-100-2; 2-150-2, ГОСТ 1770-74.

Фильтры обеззоленные, ТУ 6-09-1678-95.

Фильтры обезжиренные, ТУ 6-09-1705-82.

Бутыли из стекла с притертыми пробками вместимостью 2000 -3000 см<sup>3</sup> для отбора и хранения проб.

### Примечания.

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

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

### 3.2 Реактивы и материалы

Петролейный эфир, (т. кип. 40-70°C, плотность 1,59 г/см<sup>3</sup>)

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77.

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166-76.

Оксид алюминия для хроматографии, с размером частиц 0,04-0,16 мм.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Песок просеянный, промытый и прокаленный.

### Примечания.

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

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

#### **4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ**

Метод определения массовой концентрации жиров основан на их извлечении органическим растворителем из анализируемой пробы воды (при  $pH > 2$ ) и последующем количественном гравиметрическом определении.

#### **5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

**5.1** При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

**5.2** Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

**5.3** Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

**5.4** Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

**5.5** Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

#### **6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ**

Выполнение измерений, может производить химик-аналитик, владеющий техникой гравиметрического анализа и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

#### **7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ**

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ;  
атмосферное давление  $(84,0-106,7)$  кПа  $(630-800)$  мм рт.ст);  
относительная влажность не более 80% при  $t=25^\circ\text{C}$ ;  
напряжение сети  $(220 \pm 22)$  В;  
частота переменного тока  $(50 \pm 1)$  Гц.

#### **8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор проб и хранение проб воды, подготовка посуды для отбора проб.

### 8.1 Подготовка посуды для отбора проб

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором СМС, промывают водопроводной водой, обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной, затем 3-4 раза дистиллированной водой.

### 8.2 Отбор и хранение проб воды

8.2.1 Отбор проб поверхностных и сточных вод производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб", ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод».

8.2.2 Пробы воды, объемом не менее 2000 см<sup>3</sup>, отбирают в бутылки, подготовленные по п. 8.1. Пробу сразу после отбора экстрагируют петролейным эфиром. Если определение жиров в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2-4 см<sup>3</sup> петролейного эфира на 1 дм<sup>3</sup> воды. Сорбированные на стенках жиры должны быть смыты петролейным эфиром и объединены с пробой. Законсервированные пробы можно хранить при температуре 3-5°C не более 72 часов.

8.2.3 При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

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

### 8.3 Подготовка оксида алюминия II степени активности

Перед употреблением оксид алюминия прокаливают в муфельной печи при 600°C в течение 4 ч. К остывшему оксиду алюминия добавляют к дистиллированную воду (3% масс.) и выдерживают в течение суток при комнатной температуре.

Срок хранения в эксикаторе или в колбе с притертой пробкой 1 месяц.

## 9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Пробу воды объемом 500-1000 см<sup>3</sup> помещают в делительную воронку. Анализируемый раствор должен иметь pH>2. Перед экстракцией в него вводят 2-3 г хлорида натрия. Если разделение слоев после экстракции проходит плохо, количество прибавляемого хлорида натрия увеличивают. Экстрагентом служит петролейный эфир. Экстракцию проводят 2-3 раза (время проведения экстракции 1-2 мин) порциями по 20-25 см<sup>3</sup> органического растворителя, обмывая им стенки всех применяемых стеклянных сосудов: делительной воронки, склянки, в которой была проба.

Экстракты объединяют и сушат прокаленным сернокислым натрием не менее 30 минут<sup>3</sup>.

9.2 Затем экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, сернокислый натрий промывают тремя порциями по 3 см<sup>3</sup> петролейного эфира, которые присоединяются к экстракту. Доводят объем раствора до метки в мерной колбе петролевым эфиром и перемешивают. Отобрав аликвотную порцию экстракта, переносят ее в предварительно взвешенный бюкс и осторожно удаляют органический растворитель нагреванием на водяной бане, в конце при 100-105°C в сушильном шкафу, после чего взвешивают бюкс.

Высушивание и взвешивание продолжают до получения постоянной массы.

По п.10.1 находят массовую концентрацию всех экстрагированных веществ.

9.3 Для определения массовой концентрации нефтепродуктов другую аликвотную порцию экстракта пропускают через колонку с оксидом алюминия, далее поступают как описано в п.9.2.

По п.10.2 находят массовую концентрацию нефтепродуктов.

9.4 При анализе сильно загрязненных сточных вод рекомендуется следующая предварительная обработка пробы. 500 см<sup>3</sup> пробы воды (рН>2) помещают в фарфоровую или стеклянную чашку, прибавляют 30 г предварительно прокаленного и охлажденного песка, перемешивают и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток количественно переносят на бумажный фильтр "синяя лента" или в экстракционный патрон, помещают в аппарат Сокслета, заливают петролевым эфиром и проводят экстракцию в течение 3-4 часов. Далее переносят экстракт в мерную колбу и продолжают анализ по п. 9.2.

## 10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Массовую концентрацию всех экстрагированных веществ,  $X_1$  (мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_2 \cdot 1000}{V_1 \cdot V}, \quad (1)$$

где  $m_1$  - масса бюкса с остатком после удаления петролейного эфира, мг;

$m_2$  - масса пустого бюкса, мг;

$V_1$  - объем аликвотной порции экстракта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - вместимость мерной колбы с экстрактом, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем пробы, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

<sup>3</sup> Иногда при использовании петролейного эфира экстракт получается мутным. В этом случае экстракт переносят в мерную колбу, пропуская через смоченный петролевым эфиром фильтр, и промывают остаток на фильтре тем же растворителем

**10.2** Массовую концентрацию нефтепродуктов  $X_2$  (мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_2 \cdot 1000}{V_1 \cdot V}, \quad (2)$$

где  $m_1$  - масса бюкса с остатком после удаления петролейного эфира, мг;

$m_2$  - масса пустого бюкса, мг;

$V_1$  - объем аликвотной порции экстракта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - вместимость мерной колбы с экстрактом, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем пробы, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

**10.3** Массовую концентрацию жиров,  $X$  (мг/дм<sup>3</sup>) находят по разности содержаний экстрагированных веществ и нефтепродуктов ( $X = X_1 - X_2$ ).

**10.4** При необходимости за результат измерений  $X_{cp}$  принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot g \cdot X_{cp}, \quad (4)$$

где  $g$  - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2

**Таблица 2 – Значения предела повторяемости при вероятности  $P=0,95$**

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
От 0,5 до 1 включ.	25
Св. 1 до 10 включ.	14
Св. 10 до 50 включ.	8

При невыполнении условия (4) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

## 11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:  $X \pm 0,01 \cdot U \cdot X$ , мг/дм<sup>3</sup>,

где  $X$  – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10, мг/дм<sup>3</sup>;



$U$  — значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2).

Значение  $U$  приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X \pm 0,01 \cdot U_n \cdot X$ , мг/дм<sup>3</sup>,  $P=0,95$ , при условии  $U_n < U$ , где  $U_n$  — значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

### **Примечание.**

При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений)

## **12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**

### **12.1 Общие положения**

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений,
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов измерений возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

### **12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля**

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

В качестве образца для контроля используется ГСО.

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = | C_{cp} - C |, \quad (5)$$

где  $C_{cp}$  – результат измерений массовой концентрации жиров в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (4);

$C$  – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{I(ТОБ)}, \quad (6)$$

где  $\sigma_{I(ТОБ)}$  – стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации жиров в образце для контроля, мг/дм<sup>3</sup>.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (7)$$

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

### 13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ДВУХ ЛАБОРАТОРИЯХ

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 среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Значения предела воспроизводимости при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0,5 до 1 включ.	34
Св. 1 до 10 включ.	20
Св. 10 до 50 включ.	11

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

# **ПРИЛОЖЕНИЕ А** **(информационное)**

**Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений**

Источник неопределенности	Оцен- ка типа	Стандартная относитель- ная неопределенность <sup>4</sup> , %		
		(0,5 – 1) мг/дм <sup>3</sup>	(св. 1 – 10) мг/дм <sup>3</sup>	(св. 10 – 50) мг/дм <sup>3</sup>
Степень чистоты реактивов, $u_1$ , %	В	2,3	2,3	2,1
Подготовка проб к анализу, $u_2$ , %	В	2,7	2,7	2,7
Стандартное отклонение результа- тов измерений, полученных в ус- ловиях повторяемости <sup>5</sup> , $u_r$ ( $\sigma_r$ ), %	А	9	5	3
Стандартное отклонение результа- тов измерений, полученных в ус- ловиях промежуточной прецизи- онности <sup>5</sup> , $u_{I(ПОВ)}$ ( $\sigma_{I(ПОВ)}$ ), %	А	11	6	3,5
Стандартное отклонение результа- тов измерений, полученных в ус- ловиях воспроизводимости, $u_R$ ( $\sigma_R$ ), %	А	12	7	4
Суммарная стандартная относительная не- определенность, $u_c$ , %		15	9	5,5
Расширенная относительная неопределен- ность, ( $U_{отн.}$ ) при $k = 2$ , %		30	18	11
<b>П р и м е ч а н и я.</b> 1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений. 2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статисти- ческого анализа ряда наблюдений.				

<sup>4</sup> Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной веро-  
 ятности  $P = 0,95$ .

<sup>5</sup> Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения ре-  
 зультатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ  
(РОСПРИРОДНАДЗОР)  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ  
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»  
(ФБУ «ФЦАО»)

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 015/01.00301-2010/2011

Методика измерений массовой концентрации жиров в поверхностных и сточных водах гравиметрическим методом,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава поверхностных и сточных вод,

разработанная ФБУ «ФЦАО» 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2.122-97 «Методика измерений массовой концентрации жиров в поверхностных и сточных водах гравиметрическим методом», 2011 г., на 12 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

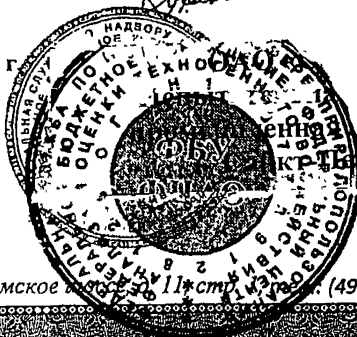
В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 листах.

И.о. директора ФБУ «ФЦАО»

С.А. Хахалин

Дата выдачи: 15.03.2011 г.



125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1 (495) 943-29-44 [www.fcao.ru](http://www.fcao.ru)

## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 015/01/00301-2010/2011 об аттестации  
методики измерений массовой концентрации жиров в поверхностных  
и сточных водах гравиметрическим методом  
на 2 листах

1 Показатели точности измерений<sup>1</sup> приведены в таблице 1

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$ , %	Расширенная относительная неопределенность <sup>2</sup> , $U$ при коэффициенте охвата $k = 2$ , %
От 0,5 до 1 включ.	15	30
Св. 1 до 10 включ.	9	18
Св. 10 до 50 включ.	5,5	11

2 Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации жиров

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации жиров

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		(0,5 - 1) мг/дм <sup>3</sup>	(св. 1 - 10) мг/дм <sup>3</sup>	(св. 10 - 50) мг/дм <sup>3</sup>
Степень чистоты реактивов, $u_1$ , %	В	2,3	2,3	2,1
Подготовка проб к анализу, $u_2$ , %	В	2,7	2,7	2,7
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости <sup>3</sup> , $u_r(\sigma_r)$ , %	А	9	5	3
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности <sup>3</sup> , $u_{I(ГОВ)}(\sigma_{I(ГОВ)})$ , %	А	11	6	3,5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, $u_R(\sigma_R)$ , %	А	12	7	4
Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$ , %		15	9	5,5
Расширенная относительная неопределенность, ( $U_{отн.}$ ) при $k = 2$ , %		30	18	11

**Примечания:**

1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений

2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

<sup>1</sup> В соответствии с ГОСТ Р 8.563 -2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

<sup>2</sup> Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

<sup>3</sup> Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

## ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

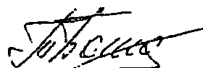
к свидетельству № 015/01/00301-2010/2011 об аттестации  
методики измерений массовой концентрации жиров в поверхностных  
и сточных водах гравиметрическим методом  
на 2 листах

## 3 Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Таблица 3 - Нормативы для процедур обеспечения приемлемости результатов измерений

Наименование операции	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Значение норматива при вероятности $P \approx 0,95, \%$		
		(0,5 - 1) мг/дм <sup>3</sup>	(св. 1 - 10) мг/дм <sup>3</sup>	(св. 10 - 50) мг/дм <sup>3</sup>
Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений).	Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому.	$r$		
		25	14	8
Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.	Модуль разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому.	$R^4$		
		34	20	11

Эксперт в области аттестации  
методик (методов измерений)  
Сертификат № RUM 02.33.00389  
Дата выдачи 24.11.2009 г.



Т.Н. Попова

<sup>4</sup> Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости ( $R$ ) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.