

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФБУ «Федеральный центр  
оценки техногенного**



**С.А. Хахалин**

*Н.С.Бере* 2011 г.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ МАРГАНЦА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ,  
ПИТЬЕВЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ  
МЕТОДОМ НА АНАЛИЗАТОРЕ ЖИДКОСТИ «ФЛЮОРАТ-02»**

**Инд Ф 14.1:2:4.188-02**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА 2002 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:**

ООО «Люмэкс-маркетинг»

Адрес: 195220 Санкт-Петербург,

ул. Обручевых дом 1, литера Б

Почтовый адрес: ВДХ 1234, Санкт-Петербург, 190000

Телефон: (812) 718-33-90, 718-53-91

Факс: (812) 718-68-65

Электронная почта: lumex@lumex.ru

Веб-сайт: www.lumex.ru



## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации марганца в пробах природных, питьевых и сточных вод фотометрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02». Диапазон измеряемых значений массовой концентрации марганца от 0,01 до 2,5 мг/дм<sup>3</sup>.

Допустимо присутствие до 1 г/дм<sup>3</sup> аммония, щелочных, щелочноземельных элементов, до 100 мг/дм<sup>3</sup> магния, алюминия, фосфата, до 5 мг/дм<sup>3</sup> фторида, цинка, свинца, меди, железа, хрома. При большем содержании мешающих веществ необходимо использовать другую методику.

## 2 ПОКАЗАТЕЛИ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений - расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в табл.1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Таблица 1 - Значения показателей точности измерений

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатели неопределенности измерений (относительные значения), %		
	Суммарная стандартная неопределенность, $u_c$	Расширенная неопределенность (при $k = 2$ и $n=1$ ), $U_1$	Расширенная неопределенность (при $k = 2$ и $n=2$ ), $U_2$
Питьевые воды			
От 0,01 до 0,05 включ.	15	30	26
Св. 0,05 до 0,2 включ.	12,5	25	23
Св. 0,2 до 2,5 включ.	7,5	15	13
Природные и сточные воды			
От 0,01 до 0,05 включ.	20	40	36
Св. 0,05 до 0,2 включ.	17,5	35	32
Св. 0,2 до 2,5 включ.	12,5	25	23
<i>Примечание - <math>k</math> – коэффициент охвата, <math>n</math> – число параллельных определений.</i>			

Приведенные в табл.1 значения  $U_1$  и  $U_2$  численно равны (без учета знака) значению доверительных границ относительной погрешности измерений для доверительной вероятности  $P = 0,95$  и соответствующего числа параллельных определений ( $\delta$ , % и  $\delta_x$ , %).

### **3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

При выполнении измерений массовой концентрации марганца применяют следующие средства измерения, реактивы, вспомогательные устройства, материалы и растворы.

#### **3.1 Средства измерений**

Анализатор жидкости «Флюорат-02» ТУ 4321-001-20506233-94  
ТУ 4215-001-45549798-2008

Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления (дискретностью отсчета) не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 220 г ГОСТ Р 53228 – 2008

Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-500-2 ГОСТ 1770 – 74

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10, 25 см<sup>3</sup> ГОСТ 29169 - 91

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> ГОСТ 29227 - 91

Государственный стандартный образец состава раствора ионов марганца (II) массовой концентрации 1 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность аттестованного значения  $\pm 1$  % ГСО 8056-94

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки. Допускается использование средств измерений и стандарт-

ных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

### **3.2 Реактивы**

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Гидроксиламин гидрохлорид, ч.д.а.	ГОСТ 5456 - 79
Аммиак водный, ч.д.а.	ГОСТ 3760 – 79
Формалин	ГОСТ 1625 – 89
Этилендиамин-N,N,N',N'- тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2 - водная, ч.д.а. (Трилон Б)	ГОСТ 10652 - 73
Кислота азотная, ч.д.а.	ГОСТ 4461 – 77
Пероксид водорода, х.ч.	ГОСТ 10929-76

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

### **3.3 Вспомогательные устройства и материалы**

Стакан лабораторный термостойкий вместимостью 50 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336 - 82
или чашка кварцевая вместимостью 50 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 19908 - 80
Колба плоскодонная вместимостью 1000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336 - 82
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336 - 82
Фильтры обеззоленные «синяя лента», «красная лента»	ТУ 6-09-1678-86
Электроплитка бытовая	ГОСТ 14919 - 83

Порядок подготовки стеклянной посуды к измерениям приведен в Приложении Б.

### **3.4 Подготовка растворов**

#### **3.4.1 Раствор азотной кислоты объемной доли 0,7%**

3,5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты приливают при тщательном перемешивании к 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена или фторопласта. Срок хранения не ограничен.

#### **3.4.2 Раствор азотной кислоты объемной доли 0,007%**

5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (п.3.4.1) приливают при перемешивании к 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена или фторопласта. Срок хранения не ограничен.

#### **3.4.3 Рабочий раствор формальдоксима**

4 г гидроксилamina солянокислого растворяют в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и добавляют 4 см<sup>3</sup> 38%-ного раствора формалина. Раствор доводят в мерной колбе до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение трех недель.

#### **3.4.4 Раствор гидроксилamina солянокислого, молярная концентрация 3 моль/дм<sup>3</sup>**

20,85 г солянокислого гидроксилamina переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и после полного растворения доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение двух недель.

#### **3.4.5 Раствор Трилона Б молярной концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup>**

7,44 г Трилона Б растворяют в дистиллированной воде, подогретой до 60°C, охлаждают и разбавляют дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>. Срок хранения не ограничен.

#### **3.4.6 Раствор марганца, массовая концентрация 20 мг/дм<sup>3</sup>**

2 см<sup>3</sup> ГСО состава раствора ионов марганца (1 мг/см<sup>3</sup>) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> рас-

твора азотной кислоты (п.3.4.1) и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения - 1 месяц.

#### 3.4.7 *Раствор марганца, массовая концентрация 2 мг/дм<sup>3</sup>*

5 см<sup>3</sup> раствора марганца массовой концентрации 20 мг/дм<sup>3</sup> по п.3.4.6 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 0,5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (п.3.4.1) и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор используют свежеприготовленным.

#### 3.4.8 *Раствор аммиака, объемное соотношение 1:1*

50 см<sup>3</sup> концентрированного аммиака водного разбавляют равным объемом дистиллированной воды. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена или фторопласта. Срок хранения - 2 месяца.

### **4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ**

Метод измерений основан на получении в щелочной среде комплексного соединения марганца с формальдоксимом с последующим измерением оптической плотности на анализаторе жидкости «Флюорат-02» в диапазоне длин волн 440 - 460 нм.

### **5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

При выполнении измерений массовой концентрации марганца необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009, а также требования, изложенные в технической документации на анализатор «Флюорат-02».

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и показавшего удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

## 7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

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

## 8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор пробы, а также приготовление рабочих растворов и градуировка анализатора «Флюорат-02».

### 8.1 Отбор проб

Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 51592-2000, отбор проб питьевых вод производится по ГОСТ Р 51593-2000, поверхностных вод - по ГОСТ 17.1.5.05-85, проб сточных вод – согласно ПНДФ 12.15.1-08.

Объем отбираемой пробы составляет  $200 \text{ см}^3$ . Срок хранения пробы - 3 дня. Для хранения и транспортировки проб используют сосуды из полиэтилена или фторопласта.

При необходимости пробу консервируют добавлением концентрированной азотной кислоты из расчета  $3 \text{ см}^3$  на  $1000 \text{ см}^3$  пробы. Срок хранения законсервированной пробы - 1 месяц.



## **8.2 Приготовление растворов для градуировки анализатора жидкости «Флюорат-02»**

### **8.2.1 Диапазон содержания марганца 10 - 70 мкг**

В ряд мерных колб вместимостью 25 см<sup>3</sup> помещают 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см<sup>3</sup> рабочего раствора марганца массовой концентрации 20 мг/дм<sup>3</sup> (п.3.4.6), что соответствует содержанию 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60 и 70 мкг, разбавляют дистиллированной водой до 10 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора формальдоксима (п.3.4.3), 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака (п.3.4.8), перемешивают и через 2-3 мин добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора Трилона Б (п.3.4.5) и 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина солянокислого (п.3.4.4). Раствор перемешивают и определяют значение pH с помощью индикаторной бумаги, которое должно составлять от 9 до 10, в противном случае доводят pH до указанного значения раствором аммиака по 3.4.8. Через 15 мин доводят до метки дистиллированной водой, вновь перемешивают и приступают к измерениям.

### **8.2.2 Диапазон содержания марганца 1 - 10 мкг**

В ряд мерных колб вместимостью 25 см<sup>3</sup> помещают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,5 и 5,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора марганца массовой концентрации 2,0 мг/дм<sup>3</sup> (п.3.4.7), что соответствует массовому содержанию 0; 1; 2; 4; 7 и 10 мкг, разбавляют дистиллированной водой до 10 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора формальдоксима (п.3.4.3), 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака (п.3.4.8), перемешивают и через 2-3 мин добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора Трилона Б (п.3.4.5) и 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина солянокислого (п.3.4.4). Раствор перемешивают и определяют значение pH с помощью индикаторной бумаги, которое должно составлять от 9 до 10, в противном случае доводят pH до указанного значения раствором аммиака по 3.4.8. Через 15 мин доводят до метки дистиллированной водой, вновь перемешивают и приступают к измерениям.

### **8.3 Градуировка анализатора жидкости «Флюорат-02»**

При всех измерениях в канале возбуждения используют светофильтр № 15. В канал регистрации (только для модификации «Флюорат-02-3М») помещают заглушку (при использовании сменного кюветного отделения канал регистрации перекрывается автоматически).

#### **8.3.1 Диапазон содержаний марганца в пробе 10 - 70 мкг**

При градуировке и измерениях в указанном диапазоне массы марганца в пробе используют кюветы с толщиной поглощающего слоя 1 см.

Входят в меню «Выбор метода» и устанавливают метод «Фотометрия», затем входят в меню «Градуировка», устанавливают значения параметров:  $C0 = 0$ ,  $C1 = 70$ . Параметр «J0» устанавливается по раствору, не содержащему марганца, «J1» - по раствору, содержащему 70 мкг марганца. При этом значения параметров «C2» - «C6» и «J2» - «J6» должны быть равны нулю.

Остальные градуировочные растворы следует измерить в режиме «Измерение», для чего переходят в меню «Измерение» и нажимают клавишу «Ent». Градуировка анализатора признается приемлемой, если измеренное содержание марганца (показания анализатора) отличается от заданного не более чем на 10% в диапазоне 30 - 70 мкг и 15% при меньшем содержании.

*П р и м е ч а н и е - Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проведении контроля при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.*

#### **8.3.2 Диапазон содержаний марганца в пробе 1 - 10 мкг**

При градуировке и измерениях в указанном диапазоне массы марганца в пробе используют кюветы с толщиной поглощающего слоя 4 см.

Входят в меню «Выбор метода» и устанавливают метод «Фотометрия», затем входят в меню «Градуировка», устанавливают значения параметров:  $C0 = 0$ ,  $C1 = 10$ . Параметр «J0» устанавливается по раствору, не содержащему марганца, «J1» - по раствору,

содержащему 10 мкг марганца. При этом значения параметров «С2» - «С6» и «J2» - «J6» должны быть равны нулю.

Остальные градуировочные растворы следует измерить в режиме «Измерение», для чего переходят в меню «Измерение» и нажимают клавишу «Ent». Градуировка анализатора признается приемлемой, если измеренное содержание марганца (показания анализатора) отличается от заданного не более чем на 20% во всем диапазоне 1 - 10 мкг.

*П р и м е ч а н и е - Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проверке приемлемости градуировочной характеристики при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.*

#### **8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

Стабильность градуировочной характеристики проверяют в соответствии с Руководством по качеству лаборатории. Настоятельно рекомендуется проведение контроля при смене партии реактивов.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики заново готовят не менее двух - трех растворов, использующихся при градуировке анализатора (п.8.2) и измеряют содержание марганца в режиме «Измерение». Градуировка анализатора признается стабильной, если измеренное содержание марганца отличается от заданного не более чем на 10% в диапазоне 25 - 70 мкг, на 15% в диапазоне 10 - 25 мкг и на 20% при меньшем содержании.

*П р и м е ч а н и е - Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проведении контроля при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.*

### **9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений должны быть выполнены следующие работы: разрушение органических веществ, приготовление рабочих растворов и измерение содержания марганца. Одновременно анализируют не менее двух аликвот исследуемой пробы воды, а

также холостую пробу. При проведении рутинных анализов допускается анализировать только одну аликвоту пробы.

При ожидаемом значении массовой концентрации марганца в пробе от 0,01 до 0,5 мг/дм<sup>3</sup> отбирают аликвоту пробы 100 см<sup>3</sup>, при большей концентрации - 20 см<sup>3</sup>.

### **9.1 Разрушение органических веществ**

Отобранную аликвоту помещают в кварцевую чашку или термостойкий стакан, упаривают до объема 2 - 3 см<sup>3</sup>, после чего добавляют 3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода. После упаривания досуха (избегать прокаливания!) остаток обрабатывают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты по п.3.4.2, слегка нагревают до растворения солей и используют для дальнейшего определения. рН полученного раствора должен быть не менее 4. Если значение рН менее 4, раствор выпаривают вновь и обрабатывают 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты по п.3.4.2.

Одновременно приготавливают холостую пробу, для чего в кварцевую чашку помещают 3 см<sup>3</sup> раствора концентрированной азотной кислоты и 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и обрабатывают далее аналогично анализируемой пробе.

#### *Примечания*

1. Если после обработки полученный раствор окрашен в желтый цвет, то обработку азотной кислотой и пероксидом водорода повторяют.

2. Рекомендуется проведение минерализации органических веществ с использованием СВЧ-минерализатора с использованием инструкции (методических указаний) разработчика аппаратуры.

3. Если не требуется разрушение органических веществ (питьевая вода), то аликвотную порцию пробы помещают в термостойкий стакан или в кварцевую чашку и упаривают приблизительно до 10 см<sup>3</sup> (если проба не консервировалась). Если проба была законсервирована, ее упаривают досуха, и затем обрабатывают сухой остаток при нагревании 10 см<sup>3</sup> 0,007%-ного раствора азотной кислоты по п.3.4.2.

## 9.2 Приготовление рабочих растворов и измерение содержания марганца

Растворы, подготовленные по п.9.1 из рабочей и холостой проб, переносят в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup>, приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора формальдоксима (п.3.4.3), 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака (п.3.4.8), перемешивают и через 2-3 мин добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора Трилона Б (п.3.4.5) и 3 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina солянокислого (п.3.4.4). Раствор перемешивают и определяют значение pH с помощью индикаторной бумаги, которое должно составлять от 9 до 10, в противном случае доводят pH до указанного значения раствором аммиака по 3.4.8. Через 15 мин доводят до метки дистиллированной водой, вновь перемешивают и приступают к измерениям.

Для этого переходят в режим «Измерение» и нажимают клавишу «Ent». Показания анализатора представляют собой массу марганца в пробе.

### 10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию марганца в пробе  $X$  (мг/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q - q_0}{V}, \quad (1)$$

где  $q$  - масса марганца в пробе, мкг;

$q_0$  - масса марганца в холостой пробе, мкг;

$V$  - объем пробы, см<sup>3</sup>.

За результат измерения массовой концентрации марганца в пробе принимают единичный результат или среднее арифметическое значение результатов  $n = 2$  параллельных определений, для которых выполняется условие:

$$X_{\max} - X_{\min} \leq 0,01 \cdot \bar{X} \cdot r, \quad (2)$$

где  $X_{\max}$  - больший результат параллельного определения, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{\min}$  - меньший результат параллельного определения, мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{X}$  - среднее арифметическое результатов параллельных определе-

ний, мг/дм<sup>3</sup>;

*r* - значение предела повторяемости (табл.2), %.

При невыполнении условия (2) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 2 - Значения пределов повторяемости для доверительной вероятности *P*=0,95

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), <i>r</i> , %
<b>Питьевые воды</b>	
От 0,01 до 0,05 включ.	28
Св. 0,05 до 0,2 включ.	20
Св. 0,2 до 2,5 включ.	14
<b>Природные и сточные воды</b>	
От 0,01 до 0,05 включ.	34
Св. 0,05 до 0,2 включ.	28
Св. 0,2 до 2,5 включ.	20

### 11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$1. \bar{X} \pm U(\bar{X}), \text{ мг/дм}^3,$$

где  $\bar{X}$  - среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/дм<sup>3</sup>;

$U(\bar{X})$  - значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2 для  $n = 2$  параллельных определений), мг/дм<sup>3</sup>:

$$U(\bar{X}) = 0,01 \cdot U_2 \cdot \bar{X} \tag{3}$$

Значения  $U_2$  приведены в таблице 1.

$$2. X \pm U(X), \text{ мг/дм}^3,$$

где  $X$  - единичный результат измерений, мг/дм<sup>3</sup>;

$U(X)$  - значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2 для единичного результата измерений), мг/дм<sup>3</sup>.

$$U(X) = 0,01 \cdot U_1 \cdot X. \quad (4)$$

Значения  $U_1$  приведены в таблице 1.

Допускается результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X \pm U_n$ , мг/дм<sup>3</sup>

где  $X$  - результат измерений, полученный в точном соответствии с прописью методики [единичный результат или среднее (среднее арифметическое или медиана) результатов параллельных определений], мг/дм<sup>3</sup>;

$U_n$  - значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории для единичного результата или среднего арифметического параллельных определений, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/дм<sup>3</sup>.

*Примечание - При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают число результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений, а также способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана).*

## 12 ПРОВЕРКА СОПОСТАВИМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами единичных измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$|X_{1, \text{лаб}} - X_{2, \text{лаб}}| \leq 0,01 \cdot X_{\text{ср}} \cdot R \quad (5)$$

где  $X_{1, \text{лаб}}$  - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{2, \text{лаб}}$  - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{X}_{cp}$  - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм<sup>3</sup>;

$R$  - значение предела воспроизводимости (табл.3), %.

Если в каждой из двух лабораторий получено по два результата параллельных определений, то расхождение между средними арифметическими значениями, полученными в лабораториях, не должно превышать критической разности  $CD_{0,95}$  (табл. 3):

$$|\bar{X}_{1,лаб} - \bar{X}_{2,лаб}| \leq 0,01 \cdot \bar{X}_{cp} \cdot CD_{0,95} \quad (6)$$

где  $\bar{X}_{1,лаб}$  - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{X}_{2,лаб}$  - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{X}_{cp}$  - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм<sup>3</sup>.

Таблица 3 - Значения пределов воспроизводимости и критической разности для доверительной вероятности  $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами, полученными в разных лабораториях), $R$ , %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $CD_{0,95}$ , %
<b>Питьевые воды</b>		
От 0,01 до 0,05 включ.	42	36
Св. 0,05 до 0,2 включ.	35	32
Св. 0,2 до 2,5 включ.	21	18
<b>Природные и сточные воды</b>		
От 0,01 до 0,05 включ.	56	50
Св. 0,05 до 0,2 включ.	49	45
Св. 0,2 до 2,5 включ.	35	32



При выполнении условий (5) и (6) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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

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 повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и показателей точности измерений.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_x$  с нормативом контроля  $K_d$ . Образцами для контроля являются рабочие пробы питьевых, природных и сточных вод, анализируемых по данной методике. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранную пробу делят на две части и в одну из них вносят добавку определяемого компонента. Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от содержания марганца в исходной пробе. Объем добавки не должен превышать 5 % объема пробы. Если содержание марганца в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, то величина добавки должна в 2 – 3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

Величину добавки ( $C_d$ , мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$C_d = \frac{C_o \cdot V_o}{V}, \quad (7)$$

где  $C_0$  - массовая концентрация марганца в стандартном образце (аттестованной смеси), использованном для внесения добавки, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_0$  - объем стандартного образца (аттестованной смеси), внесенного в качестве добавки, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем пробы, см<sup>3</sup>.

Результат контрольной процедуры  $K_K$  рассчитывают по формуле:

$$K_K = | \bar{X}' - \bar{X} - C_0 |, \quad (8)$$

где  $\bar{X}$  - результат контрольного измерения массовой концентрации марганца в рабочей пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (п.10), мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{X}'$  - результат контрольного измерения массовой концентрации марганца в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (п.10), мг/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  - величина добавки марганца, мг/дм<sup>3</sup>.

Норматив контроля  $K_0$  рассчитывают по формуле

$$K_0 = \sqrt{U_{л, X}^2 + U_{л, X'}^2} \quad (9)$$

где  $U_{л, X}$  и  $U_{л, X'}$  - показатели точности результатов измерений (расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2), установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации марганца в рабочей пробе и в пробе с добавкой соответственно, мг/дм<sup>3</sup>.

Если в лаборатории установлены значения относительной расширенной неопределенности ( $\tilde{U}_{л, X}$  и  $\tilde{U}_{л, X'}$ ), то значения  $U_{л, X}$  и  $U_{л, X'}$  вычисляют по формулам:

$$U_{л, X} = 0,01 \cdot \tilde{U}_{л, X} \cdot X; \quad U_{л, X'} = 0,01 \cdot \tilde{U}_{л, X'} \cdot X' \quad (10)$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K_d, \quad (11)$$

Если неравенство (11) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

*Примечание - Допустимо показатели точности измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражений:  $U_d = 0,84 \cdot U(X)$  или  $U_d = 0,84 \cdot U(\bar{X})$  в зависимости от числа выполняемых параллельных определений (значения  $U(X)$  и  $U(\bar{X})$  вычисляют по формулам (3) и (4) соответственно), с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.*

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(справочное)  
**БЮДЖЕТ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ**

Бюджет неопределенности измерений приведен в таблицах А.1 и А.2.

Таблица А.1 - Бюджет неопределенности измерений (питьевые воды)

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		1	2	3
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности $u_{I(T,O,E)}$	A	13,2	10,6	6,2
Опорное значение величины добавки $u_1$	B	1,6	1,6	1,6
Установление величины смещения методом добавок $u_2$	A	6,8	6,4	3,8
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях повторяемости* $u_r$	A	9,9	6,8	5,1
Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$		15	12,5	7,5
Расширенная относительная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ (для единичного результата измерения), %		30	25	15
Расширенная относительная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ (для среднего арифметического результата двух параллельных определений), %		26	23	13
<i>Примечания</i>				
1. Графа 1 соответствует диапазону значения массовой концентрации марганца от 0,01 до 0,05 мг/дм <sup>3</sup> включительно, графа 2 - диапазону свыше 0,05 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup> (вкл.), графа 3 - диапазону свыше 0,2 до 2,5 мг/дм <sup>3</sup> (вкл.).				
2. Оценки неопределенности по типу А получены путем статистического анализа рядов наблюдений, оценки неопределенности по типу В получены иными способами, чем статистический анализ рядов наблюдений;				
3. (*) Учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности				

Таблица А.2 - Бюджет неопределенности измерений (природные и сточные воды)

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		1	2	3
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности $u_{I(T,O,E)}$	A	16,5	14,0	10,5
Опорное значение величины добавки $u_1$	B	1,6	1,6	1,6
Установление величины смещения методом добавок $u_2$	A	11,2	10,3	6,5
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях повторяемости* $u_r$	A	11,8	10,1	7,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$		20	17,5	12,5
Расширенная относительная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ (для единичного результата измерения), %		40	35	25
Расширенная относительная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ (для среднего арифметического результата двух параллельных определений), %		36	32	23
<b>Примечания</b>				
1. Графа 1 соответствует диапазону значения массовой концентрации марганца от 0,01 до 0,05 мг/дм <sup>3</sup> включительно, графа 2 - диапазону свыше 0,05 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup> (вкл.), графа 3 - диапазону свыше 0,2 до 2,5 мг/дм <sup>3</sup> (вкл.).				
2. Оценки неопределенности по типу A получены путем статистического анализа рядов наблюдений, оценки неопределенности по типу B получены иными способами, чем статистический анализ рядов наблюдений;				
3. (*) Учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности				

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
(рекомендуемое)  
**ПОДГОТОВКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ ДЛЯ ВЫПОЛНЕНИЯ**  
**ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений массовой концентрации марганца необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

Б.1 Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту. **КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ** использовать для мытья соду, щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

Б.2 Посуду предварительно отмывают водопроводной водой, затем в нее наливают приблизительно на  $1/2$  объема кислоту (п.Б.1) и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд. Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки. После промывания посуды дистиллированной водой (не менее 5 раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной водой (2-3 раза).

Б.3 Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в стаканчик и из него набирают в пипетку. **ЗАПРЕЩАЕТСЯ** погружать пипетку во весь объем раствора во избежание загрязнения.

Б.4 Рекомендуется иметь отдельный набор посуды, который используется только для определения марганца.



**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

№ 222.0375/01.00258/2011

Методика измерений массовой концентрации марганца в пробах природных, питьевых и сточных вод фотометрическим методом на анализаторе жидкости "Флюорат-02"  
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости, объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава природных, питьевых и сточных вод,  
область использования

разработанная ООО "Люмэкс-маркетинг", 199155, г. Санкт-Петербург, Морская набережная, дом 31, корпус 1, литер "А",  
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)

и содержащаяся в ПНДФ 14.1:2:4.188-02 "Методика измерений массовой концентрации марганца в пробах природных, питьевых и сточных вод фотометрическим методом на анализаторе жидкости "Флюорат-02", издание 2011 г., на 24 листах.  
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод), год утверждения, число страниц

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 "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.  
теоретических и (или) экспериментальных исследований

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

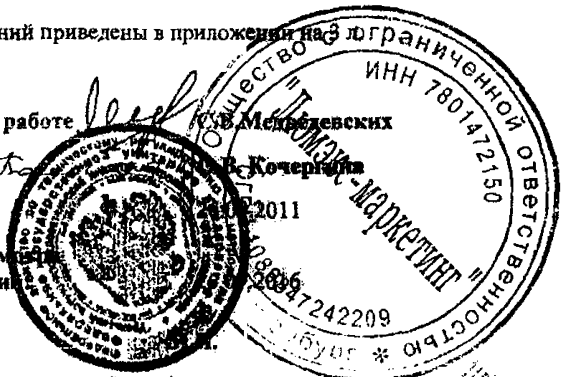
Показатели точности измерений приведены в приложении №3

Зам. директора по научной работе *И. Метрелевских*

Зав. лабораторией *И. Кочергина*

Дата выдачи *08.02.2011*

Рекомендуемый срок пересмотра методики (метода) измерений *неограниченно*



Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4  
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: unim@unim.ru



**ПРИЛОЖЕНИЕ**  
к свидетельству № 222.0375/01.00258/2011 об аттестации  
регистрационный номер

методики измерений массовой концентрации марганца в пробах природных, питьевых и сточных вод фотометрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»  
на 3 листах

Показатели точности измерений<sup>1</sup> приведены в таблице 1, бюджет неопределенности измерений приведен в таблицах 2 и 3, нормативы для обеспечения приемлемости результатов измерений приведены в таблицах 4 и 5.

Таблица 1

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатели неопределенности измерений (относительные значения), %		
	Суммарная стандартная неопределенность, $u_c$	Расширенная неопределенность <sup>2</sup> (при $k = 2$ и $p=1$ ), $U_1$	Расширенная неопределенность <sup>2</sup> (при $k = 2$ и $p=2$ ), $U_2$
Питьевые воды			
От 0,01 до 0,05 включ.	15	30	26
Св. 0,05 до 0,2 включ.	12,5	25	23
Св. 0,2 до 2,5 включ.	7,5	15	13
Природные и сточные воды			
От 0,01 до 0,05 включ.	20	40	36
Св. 0,05 до 0,2 включ.	17,5	35	32
Св. 0,2 до 2,5 включ.	12,5	25	23

Примечание –  $k$  – коэффициент охвата,  $p$  – количество параллельных определений

Таблица 2

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		1	2	3
Питьевые воды				
Опорное значение величины добавки, $u_1$	B	1,6	1,6	1,6
Установление величины смещения методом добавок, $u_2$	A	6,8	6,4	3,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости <sup>3</sup> , $u_3$	A	9,9	6,8	5,1
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности, $u_{3(ГОВ)}$	A	13,2	10,6	6,2
Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$ , %		15	12,5	7,5
Расширенная относительная неопределенность при $k = 2$ и $p=1$ , $U_1$ , %		30	25	15
Расширенная относительная неопределенность при $k = 2$ и $p=2$ , $U_2$ , %		26	23	13

Примечания:  
 1 Оценка типа A получена путем статистического анализа ряда наблюдений.  
 2 Оценка типа B получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.  
 3 Графа «1» соответствует диапазону значений массовой концентрации марганца от 0,01 до 0,05 мг/дм<sup>3</sup> включ., графа «2» – диапазону свыше 0,05 до 0,2 мг/дм<sup>3</sup> включ., графа «3» – диапазону свыше 0,2 до 2,5 мг/дм<sup>3</sup> включ.

Зав. лабораторией 222

*Почеркинг*

О.В. Кочергина

Дата выдачи: 26.09.2011г.

<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 относительной погрешности при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

<sup>3</sup> Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3:2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности.



**ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ**  
к свидетельству № 222.0375/01.00258/2011 об аттестации  
регистрационный номер

методики измерений массовой концентрации марганца в пробах природных, питьевых и сточных  
вод фотометрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»  
на 3 листах

Т а б л и ц а 3

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %		
		1	2	3
<b>Природные и сточные воды</b>				
Опорное значение величины добавки, $u_1$	B	1,6	1,6	1,6
Установление величины смещения методом добавок, $u_2$	A	11,2	10,3	6,5
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости <sup>4</sup> , $u_3$	A	11,8	10,1	7,0
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности, $u_4(тог)$	A	16,5	14,0	10,5
Суммарная стандартная относительная неопределенность, $u_c$ , %		20	17,5	12,5
Расширенная относительная неопределенность при $k = 2$ и $p=1$ , $U_1$ , %		40	35	25
Расширенная относительная неопределенность при $k = 2$ и $p=2$ , $U_2$ , %		36	32	23
<b>Примечания:</b>				
1 Оценка типа A получена путем статистического анализа ряда наблюдений.				
2 Оценка типа B получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.				
3 Графа «1» соответствует диапазону значений массовой концентрации марганца от 0,01 до 0,05 мг/дм <sup>3</sup> включ., графа «2» - диапазону свыше 0,05 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup> включ., графа «3» - диапазону свыше 0,2 до 2,5 мг/дм <sup>3</sup> включ.				

Т а б л и ц а 4

Наименование операции	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Значение норматива при вероятности P=0,95		
		1	2	3
<b>Питьевые воды</b>				
Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений)	Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	$r$ , %		
		28	20	14
Проверка приемлемости для двух единичных результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух единичных результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому	$R^s$ , %		
		42	35	21
Проверка приемлемости для двух средних арифметических результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух средних арифметических результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к общему среднему арифметическому	$CD_{0,95}$ , %		
		36	32	18
<b>Примечание:</b> - Графа «1» соответствует диапазону значений массовой концентрации марганца от 0,01 до 0,05 мг/дм <sup>3</sup> включ., графа «2» - диапазону свыше 0,05 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup> включ., графа «3» - диапазону свыше 0,2 до 2,5 мг/дм <sup>3</sup> включ.				

Зав. лабораторией 222

*Лозеринг*

О.В. Кочергина

Дата выдачи: 26.09.2011г.

<sup>4</sup> Согласно ГОСТ Р ИСО 5725-3:2002 учтено при расчете стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

<sup>5</sup> Результаты измерений на идентичных пробах вод, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости ( $R^s$ ) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в 5 лабораториях, при разработке данной методики.

**ПРОДОЛЖЕНИЕ ПРИЛОЖЕНИЯ**  
к свидетельству № 222.0375/01.00258/2011 об аттестации  
регистрационный номер

методики измерений массовой концентрации марганца в пробах природных, питьевых и сточных  
вод фотометрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02»  
на 3 листах

Таблица 5

Наименование операции	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Значение норматива при вероятности P=0,95		
		1	2	3
<b>Природные и сточные воды</b>				
Проверка приемлемости результатов параллельных измерений (определений)	Модуль разности двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	$r, \%$		
		34	28	20
Проверка приемлемости для двух единичных результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух единичных результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к среднему арифметическому	$R^s, \%$		
		56	49	35
Проверка приемлемости для двух средних арифметических результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	Модуль разности двух средних арифметических результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, отнесенный к общему среднему арифметическому	$CD_{0,95}, \%$		
		50	45	32
Примечание - Графа «1» соответствует диапазону значений массовой концентрации марганца от 0,01 до 0,05 мг/дм <sup>3</sup> включ., графа «2» - диапазону свыше 0,05 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup> включ., графа «3» - диапазону свыше 0,2 до 2,5 мг/дм <sup>3</sup> включ.				

Зав. лабораторией 222

*Получено*

О.В. Кочергина

Дата выдачи: 26.09.2011г.

<sup>6</sup> Результаты измерений на идентичных пробах вод, 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 на экспериментальными данными, полученными в 5 лабораториях, при разработке данной методики.