Общество с ограниченной ответственностью
Научно-производственное предприятие «Эксорб»
Центр химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ»

Методика измерений **НД 1.3 – 2008**

Методика (метод) измерений

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУХОГО ОСТАТКА В ПРОБАХ НЕОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Аттестована
ФБУ «Ивановский ЦСМ»

Регистрационный номер в Информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2013.15359

г. Екатеринбург, 2008
(издание 2013 г.)

gost.e-ecolog.ru

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНА: Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственное предприятие «Эксорб» Центр химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ»

ИСПОЛНИТЕЛЬ: Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственное предприятие «Эксорб» Центр химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ»

620014 Россия, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта, 5, офис 218

тел. (343) 371-25-30, 371-56-61 факс (343) 371-20-20

Директор: Ремез Виктор Павлович.

СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА: Федеральным бюджетным учреждением «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Ивановской области» (ФБУ «Ивановский ЦСМ»)

Номер и дата выдачи аттестата аккредитации 01.00259-2008 от 24.12.2008

Свидетельство об аттестации методики измерений 18/144-01.00259-2008/2013 от 19.02.2013

153000, г. Иваново, ул. Почтовая, д.31/42, тел./факс (4932)41-60-79

Директор: Кудрявцев Дмитрий Иванович

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный код методики измерений по Федеральному реестру

ФР.1.31.2013.15359

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой концентрации сухого остатка в пробах неочищенных сточных вод гравиметрическим методом.

Диапазон измерений от 150 до 2000 мг/дм^3.

Если массовая концентрация сухого остатка в анализируемой пробе меньше нижней границы диапазона, то для анализа отбирают больший объем пробы.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Приписанные характеристики погрешности методики измерений и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, мг/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, мг/дм^3
от 150 до 2000 вкл.	11	14	27

3 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике измерений использованы ссылки на следующие документы по стандартизации и/или классификаторы:

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

точности на практике»

ГОСТ Р 53228-08 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»

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

ГОСТ 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»

ТУ 6-09-1678-86 «Фильтры обеззоленные(белая, красная, синяя ленты)»

ГОСТ 9147-80 «Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия»

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

ГОСТ 450-77 «Кальций хлористый технический. Технические условия»

ГОСТ 3956 -76 «Селикагель технический. Технические условия». С Изм.№1.

ГОСТ 12.4.021-75 «ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования»

ГОСТ 12.1.004-91 «ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования».

ГОСТ 12.4.009-83 «ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание»

ГОСТ 12.1.007-76 «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности»

ГОСТ 12.1.019-79 «ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»

ГОСТ 12.0.004-90 «ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения»

Примечание: При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (и классификаторов) на территории Российской Федерации по соответствующему указателю стандартов (и классификаторов), составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям,

опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод гравиметрический, заключается в определении массы остатка, полученного после выпаривания профильтрованной пробы сточной воды и высушенного при температуре 105 °С.

5 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, МАТЕРИАЛАМ И РЕАКТИВАМ

- Весы лабораторные специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ Р 53228-08.

- Колбы мерные 1(2)-50(200)-2 по ГОСТ 1770-74.

- Пипетка 2-2-50 по ГОСТ 29169-91.

- Фильтры обеззоленные «красная лента» по ТУ 6-09-1678-86.

- Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147-80 вместимостью 50 $см^3$.

- Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (105±10) °С.

- Эксикатор по ГОСТ 25336-82, заполненный хлористым кальцием или силикагелем.

- Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450-77, прокаленный при температуре (250±50) °С.

- Силикагель по ГОСТ 3956-76, высушенный при температуре (180±30) °С.

Допускается применение других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования и реактивов, с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Лабораторные помещения, в которых проводится работа, должны:

- быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75;
- соответствовать требованием пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91;
- иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Анализ должен выполняться с соблюдением основных правил безопасной работы в химических лабораториях:

- при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76;
- при работе с электрооборудованием и электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

Организация обучения сотрудников безопасности труда должна соответствовать ГОСТ 12.0.004-90.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе практического обучения и уложившегося в нормативы контроля при проведении процедур контроля.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха (25±5) °С;
- относительная влажность воздуха в помещении лаборатории не более 80%;
- атмосферное давление (750±50) мм рт. ст.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб сточной воды производится согласно 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».

9.2 Пробы помещают в стеклянную или полиэтиленовую посуду с плотно закрывающейся крышкой, предварительно ополоснутую отбираемой водой.

9.3 Если анализ выполняют в день отбора пробы, то пробу не консервируют.

9.4 Если анализ не может быть произведен в день отбора, пробу консервируют, добавляя 2 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ воды, и хранят при комнатной температуре. Срок хранения законсервированной пробы не более 2 суток.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка фарфоровых чашек

Фарфоровые чашки помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре (105±10) °С до постоянной массы. После этого чашки охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

10.2 Подготовка пробы

Анализируемую пробу фильтруют через фильтр «красная лента» в сухую

коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, отбрасывая первые порции фильтрата. Если фильтрат мутный, то для фильтрования используют более плотный фильтр или проводят повторное фильтрование.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Раствор объемом 50-100 $см^3$, полученный по п. 10.2, помещают в подготовленную фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане досуха.

Затем чашку с сухим остатком переносят в сушильной шкаф, высушивают при температуре (105±10) °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию сухого остатка (X) в $мг/дм^3$ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000 \cdot 1000}{50},$$

где m_1 – масса чашки с остатком после высушивания, г;

m_2 – масса пустой чашки, г.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать величины предела повторяемости (r).

При превышении предела повторяемости (r) получают еще один результат определения. Если при этом размах (X_{max} -X_{min}) трех результатов параллельных определений равен или меньше r^*, то в качестве результата измерений принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений. Если размах (X_{max} -X_{min}) больше r^*, то в качестве результата измерений принимают медиану трех результатов параллельных определений.

Значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, мг/дм^3	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений), r*, мг/дм^3
От 150 до 2000 вкл.	29	36

Для оценки приемлемости результатов измерений, полученных в двух лабораториях, рассчитывают величину

$$R_к = \left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right|,$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ – результаты измерений массовой концентрации сухого остатка, полученные в разных лабораториях, мг/дм^3 .

Если $R_к \leq R$, где R – предел воспроизводимости для двух результатов измерений, то в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение.

При превышении значения предела воспроизводимости используют методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, мг/дм^3
от 150 до 2000 вкл.	39

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений ($\overline{X}$) в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где Δ- характеристика погрешности (показатель точности) результата измерений для данного значения массовой концентрации определяемого компонента, мг/дм^3.

Значения показателя точности при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде

$(\bar{X} \pm \Delta_л)$ мг/дм^3, P = 0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Численные значения результата измерений и характеристики погрешности должны оканчиваться цифрой одного и того же разряда.

14 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- 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).

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

Средствами контроля являются представительные пробы сточной воды.

Контрольные процедуры реализуют с применением метода разбавления.

При реализации контрольной процедуры получают результаты контрольных измерений содержания определяемого показателя в рабочей пробе ($\bar{X}$) и в рабочей пробе, разбавленной в η раз ($\bar{X}'$).

Значение коэффициента разбавления η должно удовлетворять условию:

$$\bar{X} - \frac{\bar{X}}{\eta} > (\Delta_{л,\bar{x}} + \Delta_{л,\frac{\bar{x}}{\eta}}),$$

где $\pm\Delta_{л,\bar{x}}(\pm\Delta_{л,\frac{\bar{x}}{\eta}})$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию компонента в рабочей пробе (расчетному значению содержания компонента в разбавленной пробе соответственно).

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$К_к = \eta\,\bar{X}' - \bar{X}$$

Норматив контроля $К$ рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\eta^2 \cdot \Delta^2_{л,\bar{x}'} + \Delta^2_{л,\bar{x}}}$$

где $\pm\Delta_{л,\bar{x}'}(\pm\Delta_{л,\bar{x}})$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию компонента в разбавленной пробе (в рабочей пробе соответственно).

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия $|К_к| \le К$.

При превышении нормативов контроля эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия $|К_к| \le К$ выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

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

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В ИВАНОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
153000, г. Иваново, ул. Почтовая, д. 31/42,
Телефон (4932) 32-84-55, факс (4932) 41-60-79. E-mail: post@csm.ivanovo.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 18/144-01.00259-2008/2013

об аттестации методики (метода) измерений

Методика (метод) измерений массовой концентрации сухого остатка в пробах неочищенных сточных вод, разработанная ООО НПП «Эксорб» Центром химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ» (г. Екатеринбург)

и регламентированная в документе **НД 1.3-2008 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации сухого остатка в пробах неочищенных сточных вод гравиметрическим методом»** (2013 г., стр.14),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений и ее экспериментального исследования.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, представленными на оборотной стороне свидетельства

Заместитель директора **Н.А. Дегтярев**

Дата выдачи 19.02.2013 г.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

1 Диапазон измерений, значение пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости, r, мг/дм^3	Предел воспроизводимости, R, мг/дм^3
от 150 до 2000 вкл.	29	39

2 Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_к$, мг/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, мг/дм^3
от 150 до 2000 вкл.	11	14	27

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 промежуточной прецизионности, погрешности).

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

Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

Ключевые слова:

массовая концентрация сухого остатка, гравиметрический метод

Утверждена «19» февраля 2013 г.

Руководитель

предприятия-разработчика

Директор

ООО НПП «Эксорб»



В.П. Ремез

«19» февраля 2013 г.

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

gost.e-ecolog.ru

Отпечатано ООО НПП «Эксорб»
620014, Россия, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта 5, оф. 218.