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

Методика измерений **НД 1.2 – 2008**

Методика (метод) измерений

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ ВЕЛИЧИНЫ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА (ХПК) В ПРОБАХ СТОЧНЫХ, ПРИРОДНЫХ, ПИТЬЕВЫХ И ТЕХНИЧЕСКИХ ВОД БИХРОМАТНЫМ МЕТОДОМ

Аттестована
ФБУ «Ивановский ЦСМ»

Регистрационный номер в Информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2015.20143

г. Екатеринбург, 2008
(издание 2014 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: 01.00259-2013 от 24.12.2013

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

Директор: Кудрявцев Дмитрий Иванович

Свидетельство об аттестации методики измерений с Изм. №1 18/169-01.00259-2013/2014 от 12.04.2014

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный код методики измерений по Федеральному реестру

ФР .1.31.2015.20143

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений величины химического потребления кислорода (ХПК) в пробах сточных, питьевых, природных и технических вод бихроматным методом.

Диапазон измерений от 10 до 30000 $мгO_2/дм^3$.

Если величина ХПК в анализируемой пробе превышает 2000 $мгO_2/дм^3$, то пробу предварительно разбавляют дистиллированной водой.

Раздел 1 (**Измененная редакция, Изм. №1**)

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 измеряемых значений величины ХПК, $мгO_2/дм^3$	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, $мгO_2/дм^3$	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, $мгO_2/дм^3$	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, $мгO_2/дм^3$
от 10 до 50 вкл	$0,076\overline{X}$	$0,12\overline{\overline{X}}$	$0,246\overline{X}$
св. 50 до 150 вкл.	$0,03\overline{X}$ +2,3	$0,07\overline{\overline{X}}$ +2,65	$0,14\overline{X}$ +5,3
св.150 до 2000 вкл.	$0,013\overline{X}$ + 4,8	$0,025\overline{\overline{X}}$ + 10,1	$0,05\overline{X}$ + 20,2
св.2000 до 30000 вкл.	$0,015\overline{X}$	$0,03\overline{\overline{X}}$	$0,06\overline{X}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений величины ХПК.

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений величины ХПК, полученных в разных лабораториях.

Раздел 2 (**Измененная редакция, Изм. №1**)

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 53228-2008 «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»

ГОСТ 29228-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания»

ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия»

ГОСТ 4517-87 «Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе»

ГОСТ 4220-75 «Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия (с Изменениями №1 и № 2)»

ГОСТ 25794.1-83 «Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования (с Изменением №1)»

ГОСТ 4204-77 «Реактивы. Кислота серная. Технические условия»

ГОСТ 6552-80 «Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия»

ТУ 6-09-3592-87 «N-фенилантраниловая кислота (О-анилинбензойная кислота; дифениламин-О-карбоновая кислота) чистый для анализа»

ГОСТ 4919.1-77 «Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов»

ТУ 6-09-3703-74 «Серебро сернокислое (серебро сульфат) квалификации химически чистый, чистый. Технические условия»

ГОСТ 4208-72 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия»

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.

Раздел 3 **(Измененная редакция, Изм. №1)**

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Химическое потребление кислорода (ХПК) – это количество кислорода, потребляемое при химическом окислении содержащихся в воде органических и неорганических веществ под действием окислителей.

Бихроматный метод измерения ХПК основан на окислении веществ, присутствующих в анализируемых пробах, раствором двухромовокислого калия при кипячении с использованием в качестве катализатора сульфата серебра. Избыток двухромовокислого калия оттитровывают раствором соли Мора с фенилантраниловой кислотой.

Мешающее влияние хлоридов устраняют добавлением избытка сульфата серебра.

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

- Бюретки 1-3-2-25(50)-0,1 по ГОСТ 29251-91.

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

- Колба мерная 1(2) - 1000 - 2 по ГОСТ 1770-74.

- Мензурки 100 (250) по ГОСТ 1770-74.

- Пипетки 2-2- 10 (20; 25; 50) по ГОСТ 29169-91.

- Пипетка 3-2-2- 1 по ГОСТ 29228-91.

- Холодильник шариковый ХШ–8 по ГОСТ 25336-82.

-Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 и дважды перегнанная (бидистиллят) по ГОСТ 4517-87.

- ГСО ХПК с аттестованным значением 200 мгO_2/дм^3 и относительной погрешностью аттестованного значения не более 5% при P=0,95.

- Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220-75 (перекристаллизованный и высушенный до постоянной массы при температуре 150 °С).

-Раствор концентрации $c(1/6K_2Cr_2O_7)$=0,15 моль/дм^3, готовят растворением 7,3547 г перекристаллизованного калия двухромовокислого в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

-Раствор концентрации $c(1/6\ K_2Cr_2O_7)$ = 0,25 моль/дм^3 и 0,1 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 25794.2-83.

- Кислота серная по ГОСТ 4204-77, концентрированная и раствор, разбавленный 1:1.

- Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552-80.

- Кислота N′, N-фенилантраниловая (индикатор), по ТУ 6-09-3592-87, раствор с массовой долей 0,1%: готовят по ГОСТ 4919.1-77.

- Серебро сернокислое по ТУ 6-09-3703-74.

- Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208-72, раствор концентрации С $[(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O]$ = 0,25 моль/дм^3 и 0,1 моль/дм^3: готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Коэффициент поправки раствора соли Мора устанавливают ежедневно. Для этого 50 см^3 (или 20 см^3) раствора калия двухромовокислого концентрации 0,15 моль/дм^3 помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 150 - 170 см^3 воды, 30 см^3 раствора серной кислоты, разбавленного 1:1, затем 5 см^3 раствора ортофосфорной кислоты, охлаждают, добавляют 1 см^3 раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора концентрации 0,25 моль/дм^3 (или 0,1 моль/дм^3) до перехода фиолетово-вишневой окраски раствора в зеленую.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов 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±10) °С;
- относительная влажность воздуха в помещении лаборатории не более 80 %;
- атмосферное давление (750±50) мм рт. ст.; (93-106) кПа.

Раздел 8 **(Измененная редакция, Изм. №1)**

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб воды любого типа производится согласно ГОСТ 31861-2012 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб». Отбор проб сточных вод так же производится согласно ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод», природных - согласно ГОСТ 17.1.5.05-85 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков», отбор питьевой воды - согласно ГОСТ Р 51593-2000 и ГОСТ 31862-2012 «Вода питьевая. Отбор проб».

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

9.3 Пробы не консервируют. Анализ выполняют в день отбора.

9.4.Если анализ не может быть выполнен в указанное время, то пробу подкисляют раствором концентрированной серной кислоты до pH <2, охлаждают до температуры 2-5 °С и хранят в темном месте не более 5 суток.

Раздел 9 **(Измененная редакция, Изм. №1)**

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

Отобранную пробу помещают на магнитную мешалку и гомогенизируют в течение не менее 15 мин. Затем также при перемешивании отбирают аликвотную часть пипеткой, опуская ее до середины объема жидкости.

Если величина ХПК в анализируемой пробе превышает 2000 мгO_2/дм^3, то гомогенизированную пробу предварительно разбавляют дистиллированной водой.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10-25 $см^3$ нефильтрованной гомогенизированной пробы помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, прибавляют воду до объема 25 $см^3$, затем 25 $см^3$ раствора двухромовокислого калия с концентрацией 0,25 моль/$дм^3$*, навеску 0,3-0,5 г сернокислого серебра, 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты, присоединяют колбу к обратному холодильнику, нагревают до кипения и кипятят 2 ч.

Если после добавления серной кислоты или в процессе кипячения раствор приобретает зеленую окраску, необходимо уменьшить аликвотную часть анализируемой пробы, сохраняя при этом общий объем раствора.

Затем раствор охлаждают, обмывают стенки холодильника дистиллированной водой, отсоединяют колбу от холодильника, доводят объем раствора водой до 200 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора ортофосфорной кислоты, 1 $см^3$ раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора концентрации 0,25 моль/$дм^3$ до перехода фиолетово-вишневой окраски раствора в зеленую.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, используя вместо аликвотной части пробы 25 $см^3$ бидистиллята.

---

* Если величина ХПК находится в диапазоне от 10 до 50 мгO_2/$дм^3$, то для выполнения измерений используют растворы двухромовокислого калия и соли Мора с концентрацией 0,1 моль/$дм^3$.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Вычисление результата измерений для величины химического потребления кислорода более 50мг O_2/дм3

Величину химического потребления кислорода (X) в мгO_2/$дм^3$ вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}2500 \cdot 8 \cdot 1000 \cdot K \cdot \eta}{V},$$

где V_1 – объем раствора соли Мора концентрации 0,25 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

V_2 – объем раствора соли Мора концентрации 0,25 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

K – коэффициент поправки раствора соли Мора;

V– объем аликвотной части анализируемого раствора, $см^3$;

η –коэффициент разбавления.

12.2 Вычисление результата измерений для величины химического потребления кислорода менее 50мг O_2/$дм^3$

Величину химического потребления кислорода (X) в $мгO_2/дм^3$ вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}1 \cdot 8 \cdot 1000 \cdot K}{V},$$

где V_1 – объем раствора соли Мора концентрации 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, $см^3$;

V_2 – объем раствора соли Мора концентрации 0,1 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

K – коэффициент поправки раствора соли Мора;

V– объем аликвотной части анализируемого раствора, $см^3$.

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 измеряемых значений величины ХПК, $мгO_2/дм^3$	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, $мгO_2/дм^3$	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений) r^*, $мгO_2/дм^3$
от 10 до 50 вкл.	$0{,}21\overline{X}$	$0{,}25\overline{X}$
св 50 до 150 вкл.	$0{,}08\overline{X}$ + 6,4	$0{,}10\overline{X}$ +7,6
св.150 до 2000 вкл.	$0{,}036\overline{X}$ +13,4	$0{,}043\overline{X}$ +15,9
св. 2000 до 30000 вкл.	$0{,}042\overline{X}$	$0{,}050\overline{X}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений величины ХПК.

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

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

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ – результаты измерений величины ХПК, полученные в разных лабораториях, $мгO_2/дм^3$.

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 измеряемых значений величины ХПК, $мгO_2/дм^3$	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, $мгO_2/дм^3$
от 10 до 50 вкл.	$0,34\bar{\bar{X}}$
св. 50 до 150 вкл.	$0,19\bar{\bar{X}}+7,3$
св 150 до 2000 вкл.	$0,07\bar{\bar{X}}+28,0$
св. 2000 до 30000 вкл.	$0,084\bar{\bar{X}}$

$\bar{\bar{X}}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений величины ХПК, полученных в разных лабораториях.

Раздел 12 (**Измененная редакция, Изм. №1**)

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где Δ - характеристика погрешности результата измерений для данного значения величины ХПК, $мгO_2/дм^3$.

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

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

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

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, погрешности).

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

Средствами контроля являются представительные пробы и образцы для контроля (ОК) – аттестованные растворы ГСО величины химического потребления кислорода.

Контрольные процедуры реализуют с применением метода разбавления пробы и анализа образца для контроля.

14.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с применением метода разбавления пробы

При использовании метода разбавления получают результат измерений величины ХПК 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 значению величины ХПК в рабочей пробе (расчетному значению величины ХПК 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 величине ХПК в исходной пробе и пробе, разбавленной в η раз, соответственно.

η - кратность разбавления.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия $|K_к| \le K$.

14.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с применением образца для контроля

Массовая концентрация применяемых аттестованных растворов ГСО величины химического потребления кислорода должна соответствовать диапазону концентраций анализируемых проб.

Погрешность аттестованного значения ОК не должна превышать третьей части от характеристики погрешности результатов измерений, получаемых по методике.

При реализации контрольной процедуры получают результат контрольного измерения аттестованной характеристики величины ХПК в условиях МВИ ($\bar{X}$) и сравнивают его с аттестованным значением (С).

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$К_к = \bar{X} - С$$

Норматив контроля К рассчитывают по формуле

$$К = \Delta_л,$$

где $\pm$ $\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результата измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению ОК.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия $|K_к| \le K$.

При превышении нормативов контроля эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия $|K_к| \le K$ 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) 32-84-85, факс (4932) 41-60-79. E-mail: post@csm.ivanovo.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 18/169-01.00259-2013/2014

об аттестации методики (метода) измерений

Методика (метод) измерений величины химического потребления кислорода (ХПК) в пробах сточных, природных, питьевых и технических вод бихроматным методом, разработанная ООО НПП «Эксорб» Центром химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ» (г. Екатеринбург)

и регламентированная в документе **НД 1.2-2008 с Изм. №1 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений величины химического потребления кислорода (ХПК) в пробах сточных, природных, питьевых и технических вод бихроматным методом»** (2014 г., стр.15),

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 12.04.2014 г.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

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

Диапазон измерений, мгО$_2$/дм^3	Предел повторяемости, r, мгО$_2$/дм^3	Предел воспроизводимости, R, мгО$_2$/дм^3
от 10 до 50 вкл.	$0,21\ \overline{X}$	$0,34\ \overline{X}$
св. 50 до 150 вкл.	$0,08\ \overline{X}$ +6,4	$0,19\ \overline{X}$ +7,3
св. 150 до 2000 вкл.	$0,036\ \overline{X}$ +13,4	$0,07\ \overline{X}$ +28,0
св. 2000 до 30000 вкл.	$0,042\ \overline{X}$	$0,084\ \overline{X}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений;

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях.

2 Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспройзводимости и точности

Диапазон измеряемых значений величины ХПК, мгО$_2$/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мгО$_2$/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, мгО$_2$/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, мгО$_2$/дм^3
от 10 до 50 вкл.	$0,076\ \overline{X}$	$0,12\ \overline{X}$	$0,246\ \overline{X}$
св. 50 до 150 вкл.	$0,03\ \overline{X}$ +2,3	$0,07\ \overline{X}$ +2,65	$0,14\ \overline{X}$ +5,3
св. 150 до 2000 вкл.	$0,013\ \overline{X}$ +4,8	$0,025\ \overline{X}$ +10,1	$0,05\ \overline{X}$ +20,2
св. 2000 до 30000 вкл.	$0,015\ \overline{X}$	$0,03\ \overline{X}$	$0,06\ \overline{X}$

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 Руководстве по качеству лаборатории.

Ключевые слова:
Величина химического потребления кислорода (ХПК), бихроматный метод

Утверждена «12» апреля 2014 г.

Руководитель
предприятия-разработчика
Директор
ООО НПП «Эксорб»



_____ В.П. Ремез
«12» апреля 2014 г.

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

gost.e-ecolog.ru