РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОЧВАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

gost.e-ecolog.ru

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОЧВАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

РД 52.18.647-2003

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН Научно-производственным объединением «Тайфун» Росгидромета; Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский проектно-изыскательский институт «Комимелиоводхозпроект» на основе РД 39-0147098-015-90. «Руководящий документ. Инструкция по контролю за состоянием почв на объектах предприятий Миннефтегазпрома» (Р.Х. Идрисов; Р.З. Абзалов; А.З. Сахабутдинова; Р.М. Шаймухаметов; Э.С. Булдакова; М.Ш. Валиев; М.З. Мусина).

2. РАЗРАБОТЧИКИ М.А. Запевалов; А.Ф. Ковалев; Н.Н. Лукьянова; Г.Н. Ерцев; В.Н. Ерцева; Л.В. Вергелюк; Н.У. Жуковская; В.К. Загвоздкин.

3. УТВЕРЖДЕН Первым заместителем руководителя Федеральной службы России по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромета) Ю.С. Цатуровым 18.03.2003 г.

4. СОГЛАСОВАН заместителем министра энергетики РФ В.В. Шелеповым.

5. СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ выдано НПО «Тайфун» № 1-2003 от 12.03.2003 г.

6. ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП за № 52.18.647-2003 от 14.03.2003 г.

7. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© НПО «Тайфун»
© ФГУП «Комимелиоводхозпроект»
© ОАО «ЛУКОЙЛ»

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения..... 1
2 Нормативные ссылки..... 1
3 Характеристики погрешности измерений..... 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы..... 2
5 Метод измерений..... 3
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды..... 4
7 Требования к квалификации аналитика..... 4
8 Условия выполнения измерений..... 4
9 Подготовка к выполнению измерений..... 5
10 Отбор, хранение и подготовка проб почвы к анализу..... 5
11 Проведение измерений..... 7
12 Обработка и оформление результатов измерений..... 7
13 Контроль качества результатов измерений..... 8
Приложение А Форма рабочего журнала регистрации результатов измерений массовой доли нефтепродуктов в пробах почвы и оперативного контроля качества результатов измерений..... 11
Приложение Б Библиография..... 12

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПОЧВАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

Дата введения 2003-06-01

1 Область применения

1.1 Настоящие методические указания устанавливают методику выполнения измерений (МВИ) массовой доли нефтепродуктов (НП) в минеральных (в том числе пески, супеси, суглинки, глины), органогенных (торф, лесная подстилка) и органо-минеральных почвах (далее – почвы) гравиметрическим методом.

1.2 Методические указания предназначены для использования в лабораториях, выполняющих измерения в области мониторинга загрязнения окружающей среды и количественного химического анализа, и могут быть использованы для определения уровней загрязнения почв НП (в том числе при разливах нефти и НП)

1.3 МВИ позволяет определять массовую долю НП в диапазоне от 20 до 500000 мг/кг.

Примечание - Предельно допустимая концентрация НП в почвах не установлена. Массовая доля НП в незагрязненных почвах не превышает 100 мг/кг [1], Приложение Б.

2 Нормативные ссылки

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 17.0.0.02-79 Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения;
- ГОСТ 17.4.2.03-86. Охрана природы. Почвы. Паспорт почв.
- ГОСТ 17.4.3.01-83 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб;
- ГОСТ 17.4.3.02-85 Охрана природы. Почвы. Требования к охране плодородного слоя почвы при производстве земляных работ.
- ГОСТ 17.4.3.03-85 Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ.

Примечание – Ссылки на остальные стандарты приведены в разделе 4.

3 Характеристики погрешности измерений

3.1 Характеристики погрешности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измеряемых значений массовой доли, мг/кг	Характеристика, при P=0,95			
	части случайной составляющей погрешности $\sigma_{сл}(\dot{\Delta})$	случайной составляющей погрешности $\sigma(\dot{\Delta})$	систематической составляющей погрешности $\pm\Delta_c$	погрешности МВИ (показатель точности) $\pm\Delta$
От 20 до 50000	0,18 X*	0,25 X	0,37·X	0,45·X
От 50000 до 500000	0,12·X	0,18·X	0,30·X	0,35·X
*X- массовая доля НП в пробе почвы.				

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений:

- весы лабораторные 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200г и пределом допустимой погрешности не более ±0,5мг - ГОСТ 24104-2001;
- весы лабораторные 3 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500г и пределом допустимой погрешности не более 38 мг – ГОСТ 24104-2001;
- набор гирь от 1 г до 100 г класса точности F_1 - ГОСТ 7328-2001;
- цилиндры мерные исполнения 3 вместимостью 25 $см^3$ - ГОСТ 1770-74.

Примечание – Допускается применение средств измерений другого типа, имеющих метрологические характеристики, обеспечивающие необходимую точность измерений.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие вспомогательные устройства:

- аппарат универсальный для встряхивания проб жидкостей АВУ-1 - ТУ 64-1-2451-72;
- печь муфельная с длиной рабочей камеры (275 ±5) мм, шириной (195 ±5) мм и высотой (115 ±5) мм с регулируемым нагревом до 600 °С - ТУ 79-337;
- шкаф сушильный с диаметром рабочей камеры 350±5 мм и длиной 300±5 мм, максимальной температурой нагрева 200 °С;

- плитка одноконфорочная с закрытой спиралью, мощностью не менее 800 Вт - ГОСТ 14919-83;
- баня водяная - ТУ 64-1-2850-76;
- сито с диаметром отверстий 1 мм;
- колба коническая исполнения 2 вместимостью 250 $см^3$ - ГОСТ 25336-82;
- колба круглодонная исполнения 1 вместимостью 250 $см^3$ - ГОСТ 25336-82;
- холодильник ХПТ - ГОСТ 25336-82
- воронка лабораторная типа В диаметром от 36 до 56 мм - ГОСТ 25336-82;
- стакан исполнения 1 вместимостью 50 $см^3$ - ГОСТ 25336-82;
- стаканчик для взвешивания СВ диаметром 40 мм - ГОСТ 25336-82;
- колонка для хроматографии (далее - колонка) с внутренним диаметром 1 см длиной от 15 до 20 см;
- ступка фарфоровая исполнения 5 - ГОСТ 9147-80;
- чашки выпарные исполнения 1 - ГОСТ 25336-82;

Примечание – Допускается применение вспомогательных устройств другого типа, имеющих метрологические характеристики, обеспечивающие необходимую точность измерений.

4.3 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

- н-гексан, х.ч. ТУ 6-09-3375-78, перегнанный;
- хлороформ, х.ч. или ч.д.а. ТУ 6-09-4263-76;
- оксид алюминия для хроматографии, ч.д.а. ТУ 6-09-3916-75;
- бумага фильтровальная лабораторная ГОСТ 12026-76;
- вата стеклянная – ТУ 16-50-30-85, промытая н-гексаном.

Примечание – Допускается применение реактивов и материалов другого типа, имеющих метрологические характеристики, обеспечивающие необходимую точность измерений.

5 Метод измерений

5.1 Метод измерений состоит из следующих этапов:

- извлечение НП из проб почвы путем их экстракции хлороформом;
- очистка экстракта колоночной хроматографией на оксиде алюминия после замены растворителя на гексан.
- определение массовой доли НП в пробе почвы взвешиванием после упаривания растворителя.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 Безопасность труда при проведении измерений обеспечивают в соответствии с [2] приложения Б.

6.2 При работе с вредными веществами необходимо соблюдать требования, предъявляемые к воздуху помещений рабочей зоны.

6.3 При проведении измерений необходимо соблюдать осторожность при работе с органическими растворителями и другими химическими веществами.

6.4 Аналитик должен пройти инструктаж по мерам безопасности при работе с электрическими приборами.

6.5 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.6 Сливы органических растворителей категорически запрещается выливать в канализацию.

6.7 Сливы помещают в отдельные стеклянные бутыли или пластмассовые канистры, которые хранятся в соответствии с требованиями к хранению легковоспламеняющихся жидкостей.

6.8 После заполнения емкости со сливами транспортируются на места утилизации.

7 Требования к квалификации аналитика

7.1 К выполнению измерений массовой доли НП в пробах почвы допускают лиц (инженер, техник или лаборант со средним специальным образованием), прошедших соответствующую подготовку, имеющих навыки работы в химической лаборатории.

8 Условия выполнения измерений

8.1 При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С ..... 20 ± 10;
- относительная влажность окружающего воздуха, %.....от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.).....от 84 до 106 (от 630 до 795);
- напряжение питающей сети переменного тока, В.....220 ± 22;
- частота питающей сети, гц .....50 ± 1.

8.2 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования ГОСТ 17.4.3.03.

8.3 Необходимым условием при выполнении измерений является устранение мешающего влияния сопутствующих веществ, присутствующих в реактивах, фильтровальной бумаге, на стенках стеклянной посуды и соэкстрагирующихся из почвы веществ, приводящих к искажению аналитического сигнала.

8.4 Устранение мешающих факторов проводят по 9, 10.6.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Перед использованием оксид алюминия прокаливают в муфельной печи при температуре (600±10) °С в течение 4 ч. Прокаленный оксид алюминия хранят в эксикаторе или в колбе с притертой пробкой не более 1 мес.

9.2 Стекловату промывают гексаном и высушивают при комнатной температуре.

9.3 Подготовку хроматографических колонок производят следующим образом:

- в нижнюю часть колонки вкладывают слой ваты высотой 1 см;
- затем в колонку засыпают от 2 до 8 г оксида алюминия и вновь помещают слой ваты высотой 0,5 см.

Примечание - Оксид алюминия используют в колонке однократно.

9.4 Контроль чистоты реактивов следует проводить при смене партии хлороформа, гексана или оксида алюминия следующим образом:

- во взвешенный на аналитических весах стеклянный стаканчик вместимостью 50 $см^3$ помещают 30 $см^3$ хлороформа и досуха выпаривают в токе воздуха;
- остаток растворяют в 5 $см^3$ гексана и переносят в колонку;
- колонку промывают 15 $см^3$ гексана, который снова собирают в стаканчик;
- гексан выпаривают в вытяжном шкафу в токе воздуха при комнатной температуре;
- взвешивают стаканчик на аналитических весах.

Реактивы можно считать пригодными для выполнения измерений, если увеличение массы стаканчика в холостом опыте составляет не более 0,5 мг. Если масса сопутствующих веществ составляет более 0,5 мг, то следует определить их источник и устранить его.

Примечание - Растворители могут быть дополнительно очищены путем перегонки.

10 Отбор, хранение и подготовка проб почвы к анализу

10.1 Отбор проб почвы (далее – пробы) проводят по ГОСТ 17.4.3.01 и [3, 4] с учетом требований ГОСТ 17.0.0.02, ГОСТ 17.4.2.03, ГОСТ 17.4.3.02.

10.2 Пробы доводят до воздушно-сухого состояния.

10.3 Пробы хранят только в воздушно-сухом состоянии в упаковке из фольги, крафт-бумаги, кальки или в герметически закрывающейся стеклянной таре при нормальных условиях (по 8.1) от 4 до 6 мес.

10.4 Подготовку проб к анализу проводят следующим образом:

- из воздушно-сухой пробы, подготовленной по 10.2, отбирают методом квартования образец для анализа массой от 200 до 400 г. Из него тщательно удаляют корни и другие инородные частицы;
- затем почву растирают в ступке и просеивают через сито с диаметром 1 мм;

- из образца для анализа отбирают навеску, масса которой указана в таблице 2;

- помещают навеску в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ для экстракции;

- отбор навески проводят в 2 кратной повторности, каждую из которых анализируют отдельно в соответствии с 10.5 - 12.

Таблица 2

Ожидаемый диапазон массовой доли НП, мг/кг	Масса навески, г	
	минеральных почв	органо-минеральных и органогенных почв
От 20 до 2000	30	10
От 2000 до 50000	30	5
От 50000 до 150000	20	4
От 150000 до 500000	15	2

10.5 Экстракцию НП из навески пробы производят следующим образом:

- добавляют в колбу с навеской почвы от 0,5 до 15 $см^3$ хлороформа до ее полного увлажнения;

- отбирают 10 $см^3$ хлороформа и вносят в колбу;

- смесь в колбе закрывают пробкой и встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 15 мин с частотой от 120 до 150 колебаний в 1 мин.;

- после встряхивания и отстаивания экстракт осторожно сливают в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, избегая попадания в слив частиц почвы (используя предметное стекло или стеклянную палочку);

- экстракцию повторяют от 2 до 10 раз до получения в последней порции бесцветного экстракта;

- круглодонную колбу с экстрактом соединяют с холодильником ХПТ и ставят на водяную баню для упаривания;

- отгонку растворителя прекращают, когда в колбе остается от 20 до 25 $см^3$ жидкости;

- содержимое колбы сливают в стакан, маркированный № 1 вместимостью 50 $см^3$;

- колбу дважды ополаскивают порциями хлороформа по 10 $см^3$, сливая их в 1-ый стакан;

- 1-ый стакан помещают в вытяжной шкаф для испарения растворителя.

Примечание – Допускается замена процедуры отгонки растворителя отдувкой его в токе воздуха. Для этого экстракт собирают не в колбы, а в фарфоровые чашки емкостью 100 $см^3$ для увеличения площади испарения.

10.6 Очистку экстракта проводят следующим образом:

- маркируют 2-ой чистый высушенный стакан;

- взвешивают на аналитических весах пустой 2-ой стакан. Результат взвешивания регистрируют в рабочем журнале, оформленный согласно приложению А;

- взвешенный 2-ой стакан ставят под носик подготовленной по 9.3 колонки;

- с помощью пипетки вносят в верхнюю часть колонки от 5 до 10 $см^3$ гексана для смачивания;

- оставшийся в 1-ом стакане после испарения хлороформа остаток растворяют в гексане (объемом от 5 до 10 $см^3$) и переносят в колонку;

- стакан № 1 ополаскивают 3 раза гексаном объемом 2 $см^3$ и этот смыв также вносят в колонку;

- фильтрацию экстракта через колонку проводят самотеком;

- после окончания фильтрации колонку промывают тремя порциями гексана объемом от 2 до 3 $см^3$.

Примечания

1 Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия.

2 При высоких массовых долях НП в пробе почвы число ополаскиваний и объем гексана увеличивается и проводится до получения прозрачной порции растворителя.

3 Для анализа каждой пробы используют свой 1-ый и 2-ой стаканы.

11 Проведение измерений

Измерение массы НП, извлеченных из навески почвы, производят следующим образом:

- после окончания фильтрации последней порции гексана через колонку 2-ой стакан переносят в вытяжной шкаф;

- гексан испаряют в токе воздуха при комнатной температуре;

- после полного испарения гексана 2-ой стакан взвешивают на аналитических весах;

- выдерживают стакан не менее 30 мин при комнатной температуре;

- повторно взвешивают стакан на аналитических весах;

- при совпадении массы 2-ого стакана при двух последовательных взвешиваниях анализ заканчивают.

Примечание – При массовой доле НП в пробе более 150000 мг/кг интервал между взвешиваниями следует увеличить от 2 до 8 ч.

12 Обработка и оформление результатов измерений

12.1 Массовую долю НП в навеске X, мг/кг, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M_2 - M_1}{P} \cdot 10^6 \qquad (1)$$

где M_2 – масса 2-ого стакана с остатком после удаления гексана, г;

M_1 – исходная масса 2-ого стакана, г;

P – навеска, г.

12.2 Вычисляют среднее арифметическое $\overline{X}$ из результатов параллельных определений массовой доли НП в навесках одной пробы почвы.

12.3 Результат измерений C_x, мг/кг, представляют по форме

$$C_x = \overline{X} \pm \Delta \qquad (2)$$

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое массовых долей НП в пробе почвы, рассчитанных по формуле (1), мг/кг;

Δ - характеристика погрешности измерений при P=0,95, мг/кг.

13 Контроль качества результатов измерений

13.1 Внутренний оперативный контроль (далее – оперативный контроль) показателей качества результатов измерений (сходимости, воспроизводимости, точности) проводят по установленным нормативам оперативного контроля, рассчитанным по [5] на основе характеристик погрешности МВИ и ее составляющих. Значения нормативов оперативного контроля при P=0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измеряемой массовой доли мг/кг	Норматив оперативного контроля		
	сходимости d, мг/кг	воспроизводимости D, мг/кг	точности (погрешности МВИ) K, мг/кг
От 20 до 50000	0,45·X*	0,62·X*	$0,45\cdot\sqrt{X^2+X_0^2}$ **
Свыше 50000 до 500000	0,3·X*	0,5·X*	$0,35\cdot\sqrt{X^2+X_0^2}$ **
*X- массовая доля НП в почве; **X_0- измеренное значение массовой доли в пробе с добавкой;			

13.2 Контроль сходимости измерений проводят по величине dk, т.е. по разнице результатов измерения массовой доли НП в параллельных навесках одной пробы. Контроль сходимости проводят при выполнении измерений каждой пробы. Решение об удовлетворительной сходимости принимают при выполнении условия:

$$d_k = |X_1 - X_2| \le d \qquad (3)$$

где X_1 и X_2 – значения результатов параллельных измерений, мг/кг;

d – норматив оперативного контроля сходимости, мг/кг.

13.3 Оперативный контроль воспроизводимости проводят методом сравнения двух (первичного и повторного) результатов анализа массовой доли НП

в одной и той же пробе, максимально варьируя условия проведения определения:

- с образцами, отобранными для контроля, одновременно работают два аналитика;

- часть пробы, оставшуюся после отбора навесок, сохраняют и включают для повторного испытания в последующую серию анализируемых проб.

Результаты контроля признают удовлетворительными, если выполняется условие:

$$\overline{X}_1 - \overline{X}_2 \leq D \qquad (4)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ - средние значения первичного и повторного результатов анализа пробы, мг/кг;

D – допускаемое расхождение между результатами анализа одной и той же пробы (таблица 3), мг/кг.

Для проведения оперативного контроля воспроизводимости отбирают каждую двадцатую пробу.

13.4 Оперативный контроль точности проводят с использованием метода добавок. Периодичность оперативного контроля точности (погрешности МВИ) - два раза в год.

13.4.1 Для проведения оперативного контроля точности для одной из проб делают две навески - основную и контрольную пробы.

13.4.2 В контрольную пробу вносят добавку НП Сд следующим образом:

- на аналитических весах взвешивают с точностью до 0,5 мг колбу с навеской пробы почвы;
- при помощи пипетки вносят в колбу с пробой почвы аликвоту от 0,01 до 5 $см^3$ нефти или НП, типичных для предполагаемого источника загрязнения;
- взвешивают на аналитических весах колбу с почвой и добавкой НП;
- контрольную пробу с добавкой перемешивают.

13.4.3 Массовую долю добавки НП в пробе $С_Д$, мг/кг, рассчитывают по формуле

$$С_Д = \frac{М_Д - М_п}{Р} \cdot 10^6 \qquad (5)$$

где $М_д$ - масса колбы с почвой и внесенной добавкой НП, г;

$М_п$ – масса колбы с почвой, г;

Р - навеска почвы, г.

13.4.4 Массовая доля НП в добавке должно составлять от 50 до 200 % от возможной массовой доли НП в пробе без добавки, т.е. в основной пробе.

13.4.5 При отсутствии НП в основной пробе их массовая доля в контрольной пробе после внесения добавки должна составлять удвоенную минимально определяемую массовую долю НП.

13.4.6 Определение массовой доли НП в основной пробе X и в контрольной пробе с добавкой $X_д$, проводят в одних и тех же условиях.

13.4.7 Результат оперативного контроля погрешности $K_К$ признают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$K_К = | X_Д - X - C_Д | \le K_Д \qquad (6)$$

где $C_Д$ - масса добавки, внесенной в контрольную пробу, мг;

$K_Д$ – норматив оперативного контроля погрешности, приведенный в таблице 3.

13.4.8 Если какое-либо из условий 14.2-14.4. не выполняется, эксперимент повторяют с использованием другой навески пробы. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины неудовлетворительного результата и устраняют их.

Приложение А

(рекомендуемое)

Форма рабочего журнала

Результаты определения массовой доли НП в пробах почвы

Дата……

Оператор……

Место отбора проб……

Примечание……

Шифр пробы	Повторность	Навеска, г	Масса 2-ого стакана M_1, г	Масса 2-ого стакана с остатком M_2, г	Масса остатка, мг	Массовая доля НП в навеске почвы, мг/кг	Массовая доля НП в пробе почвы, мг/кг $C_x = \overline{X} \pm \Delta$	Результаты оперативного контроля сходимости	
								d_k	d

Приложение Б
(информационное)
Библиография

[1] Временные методические рекомендации по контролю загрязнения почв. Ч.2.,М.: Гидрометеоиздат, 1984 г.

[2] "Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", Л., Гидрометеоиздат, 1983.

[3] РД 39-0147098-015-90. Руководящий документ. Инструкция по контролю за состоянием почв на объектах предприятий Миннефтегазпрома.

[4] РД 52.18.146-99 Методические указания. Охрана природы. Почвы. Методы отбора объединенных проб почвы и оценки загрязнения сельскохозяйственного угодья остаточными количествами пестицидов.

[5] МИ 2335-95 ГСИ Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечание – Ссылки на технические условия и государственные образцы приведены в разделе 5

УДК Т 58 ОКСТУ

Ключевые слова: методические указания, методика выполнения измерений, гравиметрический метод, нефтепродукты, проба почвы, контроль погрешности измерений

Лист регистрации изменений СТП 18.69 ..-2002

Номер изменения	Номер листа (страницы)				Номер документа	Подпись	Дата внесения изменения	Дата введения изменения
	измененного	замененного	нового	аннулированного				

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО
ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Научно-производственное объединение «Тайфун»

249038, г. Обнинск Калужской обл., пр. Ленина, 82
телефон: (08439) 7-15-02 факс: (08439) 4-09-10

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 1-2003

об аттестации МВИ

Руководящий документ

Методические указания

Определение массовой доли нефтепродуктов в почвах. Методика выполнения измерений гравиметрическим методом.

РД 52.18.647-2003

Методика выполнения измерений (МВИ) массовой доли нефтепродуктов разработанная НПО "Тайфун" и регламентированная в РД 52.18.647- 2003, аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов экспериментального исследования МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям. Основные метрологические характеристики приведены в приложении, являющемся неотъемлемой частью настоящего свидетельства.

МВИ предназначена для использования в лабораториях, выполняющих измерения в области мониторинга загрязнения окружающей природной среды.

Дата выдачи свидетельства 12.03.2003 г.

Генеральный директор объединения А.Д. Орлянский

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству №1-2003, об аттестации МВИ

Руководящий документ. Методические указания
Определение массовой доли нефтепродуктов в почвах.
Методика выполнения измерений гравиметрическим методом.
РД 52.18.647-2003.

Диапазон измеряемых значений массовой концентрации нефтепродуктов мг/кг	Характеристика, при P=0,95				Нормативы оперативного контроля, при P=0,95		
	Части случайной составляющей погрешности	Случайной составляющей погрешности	Систематической составляющей погрешности	Погрешности МВИ	Сходимости (при n=2)	Воспроизводимости	Погрешности методики
	$\sigma_{ск}(\Delta)$	$\sigma(\Delta)$	$\pm\Delta_c$	$\pm\Delta$	d	D	K
20-50000	0,18 X	0,25 X	0,37·X	0,45·X	0,45·X*	0,62·X*	$0{,}45\cdot\sqrt{X^2+X_d^2}$
50000-500000	0,12 X*	0,18 X	0,30·X	0,35·X	0,3·X*	0,5·X*	$0{,}35\sqrt{X^2+X_d^2}$ **

*X - измеренное значение массовой концентрации, мг/кг
**$X_д$ - измеренное значение массовой концентрации в пробе с добавкой, мг/кг

Главный метролог НПО "Тайфун" А. Ковалев А. Ф. Ковалев

gost.e-ecolog.ru

Отпечатано в Комитете государственной статистики
Республики Коми, тел. 24-15-28
Формат 60x84/16 Усл. печ. листов 1,16
Тираж 200 экз. Заказ № 1987