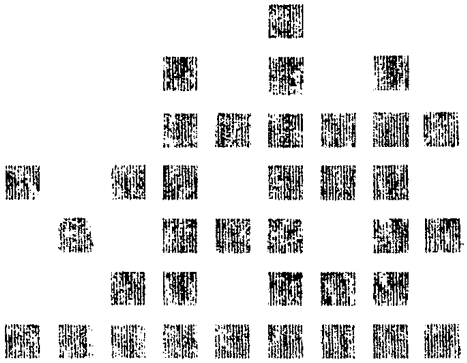
Методика выполнения измерений



СИБЭКОПРИБОР

ПРОИЗВОДСТВЕННО-ЭКОЛОГИЧЕСКОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ

Директор
ООО "Производственно-
экологическое предприятие
СИБЭКОПРИБОР"


Ю.Г. Василенко

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

НОВОСИБИРСК, 1998 г.

МВИ разработана
Аккредитованным Испытательным аналитическим центром Новосибирского института органической химии СО РАН и ООО "Производственно-экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР" (г.Новосибирск),
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики *Уральским научно-исследовательским институтом метрологии*.

Свидетельство об аттестации методики № Н 47 / 99.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает ИК - спектрофотометрическую методику количественного химического анализа (КХА) проб питьевых, природных и очищенных сточных вод для определения в них массовой концентрации нефтепродуктов (НП) в диапазоне концентраций от 0.02 до 2.00 мг/дм^3.

Если массовая концентрация НП в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление элюата таким образом, чтобы концентрация НП соответствовала регламентируемому диапазону.

Другие вещества, присутствующие в пробе воды, определению не мешают.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод заключается в выделении эмульгированных и растворенных нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографическом отделении НП от сопутствующих органических соединений других классов на колонке, заполненной оксидом алюминия, и количественном их определении по интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра.

3. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Согласно ГОСТ 27384 "Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств" относительная погрешность измерений массовой концентрации НП при доверительной вероятности P=0.95 не должна превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Нормы погрешности измерений

Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм^3	Нормы погрешности (по ГОСТ 27384-87), ± δ, %	
	Вода природная, питьевая	Вода сточная
от 0.02 до 0.1 вкл.	50	-65/+100
свыше 0.1 до 0.5 вкл.	50	50
свыше 0.5 до 2.0 вкл.	25	25

4. ЗНАЧЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ

Методика выполнения измерений обеспечивает с вероятностью P=0.95 получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

При разбавлении элюата результату КХА приписывается значение характеристики погрешности диапазона, в котором произведено измерение.

Таблица 2

Диапазон измерений, значения характеристики относительной погрешности и ее случайной составляющей при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности), $\sigma(\mathring{\delta})$, %
от 0.02 до 0.05 вкл.	50	25
св. 0.05 до 0.1 вкл.	40	20
св. 0.1 до 2.0 вкл.	25	13

5. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации НП используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы.

5.1. Средства измерений

- Концентратомер КН-2 или аналогичный по характеристикам прибор — ИШВЖ. 004 ТУ
- Государственный стандартный образец состава раствора НП (углеводородов) в четыреххлористом углероде — ГСО 7248-96 (или ГСО 7424-97)
- Весы лабораторные ВЛР-200 — по ГОСТ 24104
- Меры массы — по ГОСТ 7328
- Пипетки 2-2-10, 2-2-5, 2-2-1 — по ГОСТ 29227
- Колбы мерные 2-50-2, 2-25-2 — по ГОСТ 1770

5.2. Вспомогательное оборудование

- Шкаф сушильный общелабораторный — по ГОСТ 13474
- Плитка электрическая с закрытой спиралью — по ГОСТ 14919
- Печь муфельная ПМ-8 — по ТУ 79-337

• Установка из стекла для перегонки растворителей:	
- перегонная колба вместимостью 1 дм³	по ГОСТ 25336
- дефлегматор елочный (длиной не менее 25 см)	по ГОСТ 25336
- холодильник ХПТ (длиной не менее 30 см)	по ГОСТ 25336
• Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 1000 см³	по ГОСТ 1770
• Стаканы химические вместимостью 50 см³	по ГОСТ 25336
• Стаканчик для взвешивания (бюкс) высокий	по ГОСТ 25336
• Экстрактор либо воронки делительные вместимостью 0,5-1,0 дм³	по ГОСТ 25336
• Колонки хроматографические с внутренним диаметром 7 мм длиной 200 мм	
• Штатив для хроматографических колонок	
• Сито с диаметром отверстий 0,16 мм	
• Эксикатор	по ГОСТ 25336
• Стеклянные палочки длиной 12÷15 см	
• Шпатель	
• Бутыли из стекла вместимостью 0,5÷1,0 дм³ с притертыми пробками для отбора и хранения проб	

5.3. Реактивы и материалы

• Четыреххлористый углерод, х.ч. (ос.ч.)	по ГОСТ 20288 (ТУ 6-09-3219)
• Оксид алюминия, для хроматографии (ч.д.а.)	по ТУ 6-09-3916 (ГОСТ 8136)
• Натрий сернокислый, безводный, ч.	по ГОСТ 4166
• Кислота серная, х.ч.	по ГОСТ 4204
• Кислота азотная	по ГОСТ 4461
• Вода дистиллированная	по ГОСТ 6709
• Стеклоткань или стекловата	по ГОСТ 10146

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в п.5.3.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой концентрации НП необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемый прибор.

7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лаборанта 3-го разряда, имеющего опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж.

8. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха	10 - 35 °С;
атмосферное давление	84,0 - 106,7 кПа;
влажность воздуха	80 ± 5 %;
напряжение в сети	220 (+22/-33) В.

9. ОТБОР ПРОБ

9.1.Отбор проб воды производится в соответствии с требованиями ГОСТ 17.1.4.01 и 24481. При отборе должен быть исключен захват пленки НП с поверхности воды. Отобранные пробы помещают в стеклянные сосуды с притертыми пробками, используют полностью и не фильтруют.

Объем отобранной пробы в зависимости от содержания НП в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 3.

Таблица 3

Содержание НП, мг/дм^3	Объем пробы, дм^3
от 0.02 до 1.0 вкл.	1.0 ± 0.10
св. 1.0 до 2.0 вкл.	0.5 ± 0.05

Одновременно следует отобрать не менее двух проб из одной точки.

9.2. Экстракцию НП из воды производят не позднее 3 часов после отбора пробы. При невозможности проведения экстракции в течение этого срока пробу консервируют добавлением смеси серной кислоты и четыреххлористого углерода из расчета 1 см^3 концентрированной кислоты и 2,0 - 3,0 см^3 четыреххлористого углерода на 1 дм^3 пробы. При экстракции эти объемы следует учитывать.

Срок хранения консервированных проб воды - 1 месяц с момента отбора.

9.3. При отборе проб составляют сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилию отбирающего пробу, дату.

10. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Подготовка посуды

При выполнении измерений массовой концентрации НП необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды.

Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированные серную и азотную кислоты. *Запрещается использовать для мытья все виды синтетических моющих средств.*

Рекомендуется иметь отдельный набор посуды, который используется только для определения НП.

Категорически запрещается смазывать шлифы и краны делительных воронок всеми видами смазок!

10.2. Подготовка реактивов и материалов

10.2.1. Подготовка четыреххлористого углерода

Проверяют чистоту каждой партии в соответствии с руководством по эксплуатации концентратомера КН-2. В кювету заливают чистый четыреххлористый углерод и помещают в прибор. После появления показания нажимают и удерживают в нажатом положении кнопку "0". На табло появится цифровое показание, характеризующее чистоту четыреххлористого углерода. Если это показание лежит ***в пределах от -10.0 до 20.0 мг/дм³***, то четыреххлористый углерод пригоден для работы. В противном случае выполняют очистку растворителя следующим образом.

В экстрактор или делительную воронку вместимостью 1 дм³ помещают 0,4 дм³ четыреххлористого углерода, добавляют 0,5 дм³ дистиллированной воды и перемешивают в течение 1 мин. Слой четыреххлористого углерода сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды.

К промытому четыреххлористому углероду добавляют около 10 г безводного сульфата натрия и, периодически перемешивая, выдерживают 10-15 мин. Обезвоженный четыреххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют в температурном интервале от 76 до 78 °С, собирая отдельно первые 50-60 см³ (затем отбрасывают), основную фракцию (собственно очищенный четыреххлористый углерод) и оставляя в перегонной колбе около 50 см³ четыреххлористого углерода.

10.2.2. Подготовка оксида алюминия 2-ой степени активности

Сорбент просеивают через сито и используют мелкую фракцию. Перед употреблением прокаливают в муфельной печи при 600°С в течение 4 ч, после чего добавляют к прокаленному оксиду алюминия дистиллированную воду (3% масс.) и выдерживают в течение суток при комнатной температуре. При хранении в эксикаторе либо в колбе с притертой пробкой прокаленный оксид алюминия пригоден к использованию в течение 1 месяца.

10.2.3. Подготовка безводного сульфата натрия

Перед употреблением прокаливают при 400°С в течение 8 ч. Хранят в эксикаторе.

10.2.4. Подготовка стеклоткани или стекловаты

Стеклоткань или стекловату выдерживают в разбавленной (1:1) серной или азотной кислоте в течение 12 ч., промывают водопроводной, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

Примечание:

Допускается использование ваты медицинской по ГОСТ 5556 (хлопковой, не синтетической!). Перед использованием вату тщательно промывают четыреххлористым углеродом и высушивают при комнатной температуре.

10.2.5. Подготовка хроматографических колонок

В нижнюю часть вымытой и высушенной колонки помещают комочек стеклоткани или стекловаты. После в колонку засыпают 3 г оксида алюминия и вновь помещают слой стеклоткани или стекловаты (0,5 см). ***Оксид алюминия используют в колонке однократно.***

10.2.6. Регенерация четыреххлористого углерода

Сливы четыреххлористого углерода, содержащие растворы искусственного стандарта, регенерации не подлежат. Их собирают в отдельную склянку и для определения НП с помощью настоящей методики не используют.

Сливы четыреххлористого углерода, образующиеся после анализа проб и ополаскивания посуды в ходе определения собирают в общую склянку. При накоплении достаточного количества сливов их сушат сульфатом натрия и перегоняют. Проверяют чистоту четыреххлористого углерода (аналогично п.10.2.1) в отогнанных фракциях и, в случае необходимости, повторяют перегонку. Если таким образом не удается достичь нужной степени чистоты четыреххлористого углерода, он непригоден для дальнейшего использования.

10.3. Приготовление градуировочных растворов

Основной раствор готовят из ГСО 7248-96 состава нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде*) . Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ с помощью пипетки вместимостью 1,0 см³ помещают 1,0 см³ ГСО состава НП и доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом. Раствор перемешивают и хранят в холодильнике при температуре 0 - 5°С не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут. Массовая концентрация полученного раствора 1000 мг/дм³. Погрешность приготовления составляет 1.1 % отн.

Рабочий раствор готовят разбавлением основного раствора. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 5,0 см³ основного раствора и доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом. Раствор пере-

*) Допускается использование ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

мешивают и хранят в холодильнике при температуре 0 - 5°С не более 3 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут. Массовая концентрация полученного раствора 100 мг/дм³. Погрешность приготовления составляет 1.5% отн.

Рабочий раствор концентрацией 100 мг/дм³ используют для калибровки концентратомера КН-2.

Градуировочные растворы готовят для каждого поддиапазона и ближе к нижней границе определяемых содержаний. Градуировочные растворы готовят непосредственно перед использованием путем разбавления рабочего градуировочного раствора. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят пипеткой последовательно 10,0; 5,0; 2,5; 1,0 см³ рабочего градуировочного раствора и доводят объемы растворов в колбах до метки четыреххлористым углеродом. Растворы тщательно перемешивают. Массовая концентрация полученных растворов составляет 20; 10; 5; 2 мг/дм³ соответственно.

Погрешность Δ (P=0.95) градуировочных растворов, обусловленная процедурой приготовления, не превышает 2.5%.

10.4. Подготовка ИК - фотометра

Подготовку ИК - фотометра к работе осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации используемого прибора.

10.5. Калибровка ИК - фотометра

В кювету заливают чистый четыреххлористый углерод, помещают ее в концентратомер КН-2 и в соответствии с руководством по эксплуатации КН-2 в режиме "калибровка" устанавливают значение "0" шкалы. Используя рабочий раствор массовой концентрации 100 мг/дм³, в режиме "калибровка" устанавливают значение "100" шкалы. При отсутствии кюветы в концентратомере в режиме "контроль" считывают цифровое показание "А", которое является контрольным для проверки калибровки.

Калибровку ИК - фотометров другого типа производят в соответствии с их руководством по эксплуатации.

10.6. Контроль калибровки ИК - фотометра

Контроль калибровки концентратомера КН-2 осуществляют следующим образом: при отсутствии кюветы в концентратомере в режиме "контроль" считывают цифровое показание "A_1". Цифровое показание "A_1" должно отличаться от цифрового показания "А", полученного по п.10.5 ***не более, чем на ± 0.5 мг/дм³***. В противном случае операцию калибровки по п.10.5 необходимо повторить.

Контроль калибровки в области измеряемых значений массовых концентраций НП проводят с использованием градуировочных растворов, приготовленных по п.10.3.

Контроль калибровки осуществляют ежедневно.

Контроль калибровки ИК - фотометров другого типа производят в соответствии с их руководством по эксплуатации.

11. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Экстракция

В транспортную склянку с пробой воды приливают разбавленную (1:10) серную кислоту из расчета 1 см³ на 100 см³ пробы и переносят пробу в делительную воронку соответствующей вместимости. Если проба воды была предварительно законсервирована, серную кислоту не добавляют. Сосуд, в котором находилась проба, тщательно ополаскивают 5 см³ четыреххлористого углерода, затем выливают растворитель в делительную воронку. Прибавляют туда еще 5 см³ четыреххлористого углерода (с учетом консервации общий объем четыреххлористого углерода в делительной воронке должен быть ***10 см³***). Выполняют экстракцию, встряхивая делительную воронку не менее 10 минут, затем отстаивают в течение 10 минут. После расслоения фаз нижний слой (экстракт) сливают в стаканчик и подвергают очистке по п.11.2 или оставляют на хранение. (Срок хранения экстрактов не должен превышать 10 месяцев.) После отделения экстракта измеряют объем пробы в воронке мерным цилиндром.

Допускается выполнять экстракцию в экстракторах, входящих в комплект прибора. В этом случае руководствуются соответствующими инструкциями по эксплуатации.

11.2. Очистка экстракта

Экстракт сушат безводным сульфатом натрия в течение 10 минут (из расчета не менее 2 г сульфата натрия на 10 см³ экстракта), добавляя его в стаканчик небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой.

В подготовленную по п.10.2.6 хроматографическую колонку наливают 3 см³ четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, выливают экстракт двумя равными порциями. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия. После прохождения пробы в колонку вливают дополнительно около 3 см³ четыреххлористого углерода, которым предварительно ополаскивают стенки стаканчика, где проводилась осушка экстракта. Элюат собирают в мерный цилиндр вместимостью 10 - 25 см³. Первые 3 см³ элюата отбрасываются. ***Необходимый объем элюата 10 см³.***

11.3. Измерение

Измерение проводят на ИК-фотометре, который предварительно откалиброван и проверен.

Элюат заливают в чистую кювету и устанавливают в концентратомер КН-2. Измеряют концентрацию НП в элюате, считывая показания прибора.

В случае, если концентрация НП превышает величину 100 мг/дм^3, разбавляют элюат четыреххлористым углеродом (например, в мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 5 см^3 элюата пипеткой вместимостью 5 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают), затем раствор заливают в кювету, устанавливают в прибор и производят измерение.

В случае использования ИК - фотометров других типов выполняют измерение концентрации НП в элюате в соответствии с руководством по эксплуатации данного прибора.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НП В ХОЛОСТОЙ ПРОБЕ

Определение массовой концентрации НП в холостой пробе выполняют одновременно с анализом серии проб. Для этого берут 0,5-1,0 дм^3 дистиллированной воды и обрабатывают ее, как описано в п.11.

Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчете концентрации НП в пробе.

Анализ "холостой пробы" проводят также при использовании новой партии реактивов.

13. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Массовую концентрацию НП (X) в пробе анализируемой воды рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{X_{изм} \bullet V_{эл} \bullet K}{V},$$

где $X_{изм}$ - содержание НП в элюате, измеренное на приборе, мг/дм^3;

V - объем пробы анализируемой воды, см^3;

K - коэффициент разбавления, т.е. соотношение объемов мерной колбы и аликвоты элюата (учитывается при его разбавлении по п.11.3);

$V_{эл}$ - объем элюата ($V_{эл}$=10 см^3).

Из результатов анализа вычитают данные, полученные в холостом опыте с дистиллированной водой.

14. ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЯ

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, P=0.95,$$

где Δ - значение характеристики погрешности, рассчитанное по формуле:
$\Delta = 0.01\ \delta \bullet \overline{X}$ ($\overline{X}$ - массовая концентрация НП в пробе), значения δ приведены в таблице 2.

Результат измерения должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результат измерения оформляют записью в журнале.

15. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1. Алгоритм проведения оперативного контроля сходимости

Оперативный контроль сходимости проводят при получении каждого результата измерения, представляющего собой среднее арифметическое двух параллельных определений. Оперативный контроль сходимости проводят путем сравнения расхождения двух результатов параллельных определений (x_1, x_2), полученных при анализе пробы, с нормативом оперативного контроля сходимости - d.

Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если:

$$| x_1 - x_2 | \le d,$$

где $d=0.01 \bullet d_{отн} \bullet \overline{x}$ ($\overline{x}$ - среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений). Значение $d_{отн}$ приведены в таблице 4.

При выполнении данного условия по результатам параллельных определений вычисляют результат измерения массовой концентрации НП в рабочей пробе.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

15.2. Алгоритм проведения оперативного контроля воспроизводимости

Образцами для контроля являются две представительные рабочие пробы, отобранные в традиционных точках контроля вод одновременно или непосредственно друг за другом. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая два результата анализа в разных лабораториях или в одной, причем, в этом случае максимально варьируют условия проведения анализа, т.е. используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов, в работе участвуют два аналитика.

Воспроизводимость результатов измерений рабочих проб признают удовлетворительной, если:

$$| \overline{X_1} - \overline{X_2} | \le D,$$

где $\overline{X_1}$ - результат анализа первой рабочей пробы;

$\overline{X_2}$ - результат анализа второй рабочей пробы, в других условиях;

D - норматив оперативного контроля воспроизводимости,

причем $D = 0.01 \bullet D_{отн} \bullet \overline{\overline{X}}$

($\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение первичного и повторного результатов измерений). Значения $D_{отн}$ приведены в таблице 4.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Таблица 4

Значение нормативов оперативного контроля случайной составляющей относительной погрешности (воспроизводимости и сходимости) при доверительной вероятности P=0.95.

Диапазон измерений, мг/дм³	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, $D_{отн}$, % (для двух результатов измерений, m=2)	Норматив оперативного контроля сходимости, $d_{отн}$, % (для двух результатов параллельных определений, n=2)
от 0.02 до 0.05 вкл.	69	26
св. 0.05 до 0.10 вкл.	55	16
св. 0.10 до 2.0 вкл.	36	11

15.3. Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности (точности) с использованием образцов для контроля

Образцами для контроля являются растворы, аттестованные по процедуре приготовления и адекватные анализируемым пробам, полученные путем внесения ГСО 7248 состава НП либо дизельного топлива в воду. Содержание определяемого компонента должно находиться вблизи нижней границы диапазона (0,02 - 0,10 мг/дм³).

Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $K_к$, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля - $\overline{X}$ и его аттестованным значением С, с нормативом оперативного контроля точности - К.

Точность контрольного измерения - $\overline{X}$, а также точность результатов анализа рабочих проб, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольного измерения, признают удовлетворительными, если:

$$|K_к| \le K, \text{ где } K_к = \overline{X} - C,$$

где $K=0.01 \cdot K_{отн} \cdot \overline{X}$.

Значения нормативов оперативного контроля относительной погрешности (точности) - $K_{отн}$ приведены в таблице 5.

Таблица 5

Значение нормативов оперативного контроля погрешности при проведении контроля с использованием образцов для контроля

Диапазон измерений, мг/дм³	Норматив внешнего оперативного контроля погрешности, $K_{отн}$, % (P=0.95)	Норматив внутрилабораторного оперативного контроля погрешности, $K_{отл}$, % (P=0.95)
от 0.02 до 0.05 вкл.	50	42
св. 0.05 до 0.10 вкл.	40	34
св. 0.10 до 2.0 вкл.	25	21

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

THE URALS SCIENTIFIC RESEARCH INSTITUTE OF METROLOGY- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE		УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ- ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР	
4,Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620219 RUSSIA	Fax: (3432)55-20-39 Phone:(3432)55-26-18 Email:@ lamsis.mplik.ru.	620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул.Красноармейская,4	Факс: (3432)55-20-39 Телефон:(3432)55-26-18 Email:@ lamsis.mplik.ru.

свидетельство № Н 47 / 99

c e r t i f i c a t e

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации нефтепродуктов в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии,*
разработанная *Аккредитованным Испытательным аналитическим центром Новосибирского института органической химии СО РАН и ООО «Производственно-экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР» (г. Новосибирск)* ,
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.
Аттестация осуществлена *по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.*
В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:
1 Диапазон измерений, значения характеристики относительной погрешности и ее случайной составляющей при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг / дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), ±δ, %	Характеристика случайной составляющей погрешности (среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности), σ(δ), %
от 0.02 до 0.05 вкл.	50	25
св. 0.05 до 0.1 вкл.	40	20
св. 0.1 до 2.0 вкл.	25	13

2 Значения нормативов контроля
2.1 Значения нормативов оперативного контроля случайной составляющей относительной погрешности (воспроизводимости и сходимости) при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг / дм^3	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, $D_{отн}$, % (для двух результатов измерений, m=2)	Норматив оперативного контроля сходимости, $d_{отн}$, % (для двух результатов параллельных определений, n=2)
от 0.02 до 0.05 вкл.	69	26
св. 0.05 до 0.1 вкл.	55	16
св. 0.1 до 2.0 вкл.	36	11

2.2 Значения нормативов оперативного контроля погрешности при проведении контроля с использованием образцов для контроля

Диапазон измерений, мг / дм^3	Норматив внешнего оперативного контроля погрешности, $К_{отн}$, % (Р=0.95)	Норматив внутрилабораторного оперативного контроля погрешности, $К_{отн}$, % (Р=0.90)
от 0.02 до 0.05 вкл.	50	42
св. 0.05 до 0.1 вкл.	40	34
св. 0.1 до 2.0 вкл.	25	21

3 Дата выдачи свидетельства 10.03.99г.
Срок действия до 10.03.2000 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

М.П.

15.03.99
дата

Производственно-экологическое предприятие "СИБЭКОПРИБОР" - разработчик и изготовитель концентратомеров КН-1 и КН-2 - предлагает Вам проводить периодические поверки этих приборов на нашей технологической базе.

Одновременно с поверкой силами наших квалифицированных специалистов осуществляется техническое обслуживание приборов, состоящее из профилактических работ, тестирования на испытательных стендах и, при необходимости, дополнительной юстировки и настройки оптической и электронной систем.

ООО "Производственно-экологическое предприятие СИБЭКОПРИБОР"

630058, г.Новосибирск, ул. Русская, 41

тел./факс: (3832) 32-91-36, тел.: (3832) 33-74-58

E-mail: gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru