ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ
«Федеральный центр анализа и
оценки техногенного воздействия»
_____ В.В. Новиков
«24» апреля 2017 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА (МЕТОД) ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ И ЖИРОВ (ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ) В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОНЦЕНТРАТОМЕРОВ СЕРИИ КН

ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012

Методика допущена для целей
государственного экологического контроля

МОСКВА
(Издание 2017 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации методики измерений принадлежит ООО «Производственно-экологическое предприятие «СИБЭКОПРИБОР».

Методика измерений аттестована Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет») (Аттестат аккредитации № 01.00143-2013 от 11.12.2013 г.), рассмотрена и одобрена Федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики выпущено взамен предыдущего издания ПНД Ф и действует до выхода нового издания.

Сведения по методике переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах gost.e-ecolog.ru в разделе «Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений» и gost.e-ecolog.ru разделе «Методики анализа».

Заместитель директора
ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:

ООО «Производственно-экологическое предприятие «СИБЭКОПРИБОР»
Адрес: 630058, г. Новосибирск, ул. Русская, д. 41
Телефон: (383) 306-58-67, 306-62-14, 306-62-31
Факс: (383) 306-58-67, 306-62-14
E-mail: gost.e-ecolog.ru
Сайт: gost.e-ecolog.ru (сибэкоприбор.рф)

Директор
ООО «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР» Ю.Г. Василенко

Содержание

1 Назначение и область применения 4
2 Нормативные ссылки 4
3 Приписанные характеристики показателей точности измерений 6
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 7
5 Метод измерений 10
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды 11
7 Требования к квалификации операторов 11
8 Требования к условиям измерений 11
9 Подготовка к выполнению измерений 12
10 Выполнение измерений 20
11 Обработка результатов измерений 23
12 Оформление результатов измерений 25
13 Процедуры обеспечения достоверности измерений 26
Библиография. 29

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации нефтепродуктов (далее НП) и жиров (далее Ж) при их совместном присутствии в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод на концентратомерах серии КН.

Диапазон измерений для нефтепродуктов от 0,04 до 5 мг/дм^3, для жиров от 0,10 до 10 мг/дм^3.

Неионогенные поверхностно-активные вещества (НПАВ) при массовой концентрации менее 0,1 мг/дм^3 не мешают определению нефтепродуктов и жиров.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем документе использованы ссылки на следующие документы по стандартизации:

ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 56237-2014 Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.0.230-2007 Система стандартов безопасности труда. Системы управления охраной труда. Общие требования

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 17.1.4.01-80 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к методам определения нефтепродуктов в природных и сточных водах

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

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8136-85 Оксид алюминия активный. Технические условия

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

ГОСТ 10727-2015 Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20288-74 Углерод четырёххлористый. Технические условия

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб

РМГ 60-2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

РМГ 76-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечание – При использовании настоящего документа целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Российской Федерации по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменён (изменён), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться заменяющим (изменённым) стандартом. Если ссылочный стандарт отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1 Приписанные характеристики показателей точности результатов измерений массовой концентрации НП и Ж в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, относительные значения показателей воспроизводимости и точности при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости [1] (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности [2] (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95), ± δ,%
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)		
От 0,04 до 0,25 включ.	18	36
Св. 0,25 до 0,50 включ.	14	28
Св. 0,5 до 5,0 включ.	12	24
Жиры (питьевые воды)		
От 0,1 до 0,5 включ.	12,5	25
Св. 0,5 до 10,0 включ.	10	20
Жиры (природные и очищенные сточные воды)		
От. 0,1 до 0,5 включ.	13	32
Св. 0,5 до 10,0 включ.	12	26

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в лаборатории.

---

[1] Значение показателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента.

[2] Соответствует относительному значению расширенной неопределённости с коэффициентом охвата k = 2.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации НП и Ж используют следующие средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

4.1 Средства измерений

Концентратомеры серии КН:

- концентратомер КН-3, № 44670-10 в Государственном реестре средств измерений (диапазон измерений нефтепродуктов в углероде четырёххлористом (0–100) мг/дм^3, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений ± (0,5+0,05C_X) мг/дм^3) по [1] или
- концентратомер КН-2м, № 44669-10 в Государственном реестре средств измерений (диапазон измерений нефтепродуктов в углероде четырёххлористом (0–250) мг/дм^3, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений ± (0,5+0,05C_X) мг/дм^3) по [2] или
- концентратомер КН-2, № 17664-98 в Государственном реестре средств измерений (диапазон измерений нефтепродуктов в углероде четырёххлористом (0–100) мг/дм^3, пределы допускаемой приведённой погрешности измерений ± 2 мг/дм^3) по [3]

Весы лабораторные электронные ЛВ-210-А класса точности I (специальный), с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ Р 53228

Пипетки мерные 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10, 1-2-2-25 по ГОСТ 29227

Колбы мерные 2-50-2 по ГОСТ 1770

Пробирки мерные П-2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770

Цилиндры 2-10-2, 2-25-2, 2-50-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770

4.2 Стандартные образцы

При выполнении измерений используют:

- государственный стандартный образец (ГСО 7822-2000) состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде: аттестованное значение – масса нефтепродуктов (углеводородов) 50,00 мг; границы абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,25 мг при P = 0,95;
- государственный стандартный образец (ГСО 7117-94) состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице: аттестованное значение – масса нефтепродуктов от 0,005 до 5,0 мг; границы относительной погрешность аттестованного значения от 1,3 до 0,8 % при P = 0,95;

- государственный стандартный образец (ГСО 9437-2009) состава смеси триглицеридов жирных кислот: аттестованное значение – массовая доля суммы триглицеридов жирных кислот 99,6 %; границы абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,4 % при P = 0,95;

- государственный стандартный образец (ГСО 10212-2013) массовой концентрации жиров в водорастворимой матрице (СО ЖВМ-ПА (2)). аттестованное значение – массовая концентрация жиров 2,00 г/дм^3; границы относительной погрешности аттестованного значения ± 2,5 % при P = 0,95.

4.3 Вспомогательные устройства

Шкаф сушильный общелабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 105 до 110 °С

Печь муфельная ПМ-8 по ТУ 79-337

Установка из стекла для перегонки растворителей:

- колба К-1-1000-29/32 по ГОСТ 25336;
- дефлегматор 300-19/26-19/26 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильник ХПТ-1-300-14/23 ХС по ГОСТ 25336;
- плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- жидкостный стеклянный термометр типа Б с диапазоном измеряемых температур от 0 до 150 °С по ГОСТ 28498

Колбы Кн-1-50-14/23 ТС ГОСТ 25336

Стакан В-1-50 ТХС по ГОСТ 25336

Стакан для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336

Колонка хроматографическая стеклянная (внутренний диаметр 7 мм, длина 200 мм)

Штатив для хроматографических колонок

Экстрактор лабораторный ЭЛ-1 ИШВЖ.002 ПС

Воронки делительные ВД-3-500 ХС, ВД-3-1000 ХС по ГОСТ 25336

Воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336

Сито с диаметром отверстий 0,16 мм

Эксикатор по ГОСТ 25336

Выпарительная чашка 3 по ГОСТ 9147 или тигель В-100 по ГОСТ 19908

Стеклянные палочки длиной (12 – 15) см

Шпатель

Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру (0 – 5) °С

Бутыли из стекла для отбора и хранения проб

4.4 Реактивы и материалы

Углерод четырёххлористый (тетрахлорметан), х.ч. по ГОСТ 20288 или для экстракции из водных сред, х.ч. по [5]

Оксид алюминия для хроматографии по [6] или ч.д.а. по ГОСТ 8136

Натрий сернокислый, ч. по ГОСТ 4166

Натрий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ4233

Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204

Кислота азотная, х.ч. по ГОСТ 4461

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Стекловолокно или стекловата по ГОСТ 10727

Бумага индикаторная универсальная для определения pH по [7]

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556

Примечания

1 Использование других ИК анализаторов, кроме концентратомеров серии КН, не допускается.

2 Допускается использование других средств измерений, (весы аналитические, пипетки, мерная посуда, сито и т.д.) и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных.

5 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерения массовой концентрации экстрагируемых веществ (НП + Ж) основан на зависимости интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра (2930 ± 70) $см^{-1}$ от массовой концентрации НП и Ж в растворе четырёххлористого углерода.

Процедура анализа заключается в извлечении НП и Ж четырёххлористым углеродом из анализируемой пробы воды (при pH ~ 2) посредством двукратной экстракции.

Экстракт делят на две приблизительно равные части. В первой части экстракта определяют суммарную концентрацию всех экстрагированных веществ.

Вторую часть экстракта подвергают хроматографическому разделению в колонке, заполненной оксидом алюминия, и в элюате определяют массовую концентрацию НП.

По разности результатов этих определений находят суммарную концентрацию Ж в анализируемой пробе воды.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемый прибор.

6.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ не должно превышать допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

6.4 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

6.5 Утилизацию используемых растворов после выполнения измерений проводят в соответствии с «Инструкцией по утилизации растворов», разработанной в организации.

6.6 Требования охраны окружающей среды должны соответствовать ГОСТ 12.0.230.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки, получивших удовлетворительные результаты контрольных измерений.

8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При приготовлении растворов и подготовке проб к измерениям соблюдают следующие внешние условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С;
- относительная влажность воздуха при 25 °С от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 630 до 800 мм рт. ст. (от 84,0 до 106,7 кПа);

Выполнение измерений на приборах проводят в условиях, указанных в руководстве по эксплуатации к ним.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: отбор проб, подготовка посуды, реактивов и материалов, приготовление растворов, подготовка концентратометра, контроль стабильности градуировочной характеристики.

9.1 Отбор проб

9.1.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 31861, ГОСТ Р 56237, ГОСТ 17.1.4.01.

При отборе должен быть исключен захват плёнки НП с поверхности воды. Пробы воды отбирают в стеклянные бутыли. Ёмкость перед отбором проб должна быть промыта четырёххлористым углеродом. Отобранные пробы используют полностью и не фильтруют.

Объём отобранной пробы в зависимости от предполагаемой массовой концентрации НП и Ж в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Объём проб воды в зависимости от предполагаемой массовой концентрации НП и Ж в воде

Предполагаемая массовая концентрация, мг/дм^3	Объём пробы, дм^3
нефтепродукты	
От 0,04 до 1,00 включ.	1,00 ± 0,10
Св. 1 до 5 включ.	0,50 ± 0,05
жиры	
От 0,1 до 1,0 включ.	1,00 ± 0,10
Св. 1 до 10 включ.	0,50 ± 0,05

9.1.2 Экстракцию НП и Ж из воды проводят не позднее 3 часов после отбора пробы.

9.1.3 При невозможности проведения экстракции в течение этого срока пробу консервируют добавлением смеси серной кислоты и четырёххлористого углерода из расчёта 1 см^3 концентрированной серной кислоты и (2,0 – 3,0) см^3 четырёххлористого углерода на 1 дм^3 пробы. При экстракции эти объёмы следует учитывать. Допускается добавление консервантов в пустую ёмкость до отбора пробы. Законсервированные пробы воды можно хранить при температуре (3 – 5) °С не более 72 часов.

9.1.4 При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;

- номер пробы;
- должность и фамилию специалиста, отбирающего пробу, дату.

9.2 Подготовка посуды, реактивов и материалов

9.2.1 Подготовка посуды и измерительной кюветы

При выполнении измерений массовой концентрации НП и Ж 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 и Ж.

Кювету промыть не менее трёх раз четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2.

Посуду, предназначенную для приготовления растворов, сбора экстракта и элюата, тщательно вымыть, ополоснуть не менее двух раз дистиллированной водой, высушить и затем ополоснуть четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2, объёмом, достаточным для заполнения измерительной кюветы. Для контроля чистоты указанной посуды четырёххлористый углерод, собранный после ополаскивания, заливают в кювету и измеряют массовую концентрацию НП в соответствии с 10.3. Если измеренное значение массовой концентрации НП не превышает 0,6 мг/дм^3, то посуда и кювета пригодны для работы. При превышении указанного значения подготовку посуды и кюветы необходимо повторить.

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

9.2.2 Подготовка четырёххлористого углерода

Проверяют чистоту каждой партии четырёххлористого углерода в соответствии с руководством по эксплуатации используемого концентратомера.

Если показание не превышает 20,0 мг/дм^3, то четырёххлористый углерод пригоден для работы. В противном случае выполняют очистку четырёххлористого углерода следующим образом.

В делительную воронку экстрактора ЭЛ-1 вместимостью 1 дм^3 помещают около 0,4 дм^3 четырёххлористого углерода, добавляют 0,5 дм^3 дистиллированной воды и перемешивают в течение 1 минуты. Слой четырёххлористого углерода сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды.

К промытому четырёххлористому углероду добавляют около 10 г натрия сернокислого и, периодически перемешивая, выдерживают (10 – 15) минут. Обезвоженный четырёххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют при температурном интервале от 76 до 78 °С, собирая отдельно первые (50 – 60) $см^3$ (затем отбрасывают), основную фракцию (собственно очищенный четырёххлористый углерод) и оставляя в перегонной колбе около 50 $см^3$ четырёххлористого углерода.

При проведении очистки четырёххлористого углерода в экстракторе ЭЛ-1 руководствуются паспортом на ЭЛ-1.

В случае отсутствия экстрактора ЭЛ-1 допускается проводить очистку в делительной воронке путём встряхивания.

9.2.3 Подготовка оксида алюминия

Оксид алюминия просеивают через сито и используют фракцию (0,16 – 0,25) мм. Затем оксид алюминия промывают подготовленным по 9.2.2 четырёххлористым углеродом так, чтобы четырёххлористый углерод закрывал слой оксида алюминия, далее его высушивают в вытяжном шкафу, прокаливают в фарфоровой или кварцевой чашке в муфельной печи при температуре (550 – 600) °С в течение 4 часов, охлаждают в печи до (100 – 200) °С, после чего помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

Если при прокаливании оксид алюминия приобретает жёлтый цвет, то он непригоден для использования. Срок хранения прокаленного оксида алюминия в плотно закрытой таре составляет 1 месяц.

Перед использованием необходимое количество прокаленного оксида алюминия взвешивают, добавляют 3 % (по массе) дистиллированной воды, плотно закрывают, встряхивают несколько минут и выдерживают в течение суток при комнатной температуре.

9.2.4 Подготовка натрия сернокислого

Перед употреблением натрий сернокислый высушивают при температуре (105 – 110) °С в течение 8 часов в сушильном шкафу, охлаждают и хранят в эксикаторе. Срок хранения составляет не более 1 месяца.

9.2.5 Подготовка натрия хлористого

Натрий хлористый прокаливают в фарфоровой или кварцевой чашке в муфельной печи при температуре (550 – 600) °С в течение 4 часов, затем охлаждают. Прокалённый натрий хлористый допускается хранить не более 1 месяца в колбе с притёртой пробкой.

9.2.6 Приготовление раствора серной кислоты 1:9

В термостойкой посуде смешивают 9 объёмов дистиллированной воды и 1 объём концентрированной серной кислоты. ***Кислоту осторожно приливают к воде.*** Срок хранения в склянке с притёртой пробкой 1 месяц при температуре (20 ± 5) °С.

9.2.7 Приготовление раствора серной (азотной) кислоты (1:1)

В термостойкой посуде смешивают равные объёмы дистиллированной воды и концентрированной азотной либо серной кислоты. ***Кислоту осторожно приливают к воде.*** Срок хранения в склянке с притёртой пробкой 1 месяц при температуре (20 ± 5) °С.

9.2.8 Подготовка стекловолокна или стекловаты

Стекловолокно или стекловату выдерживают в разбавленной (1:1) серной или азотной кислоте по 9.2.7 в течение 12 часов, промывают водопроводной, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Перед использованием стекловолокно или стекловату тщательно промывают четырёххлористым углеродом и высушивают при комнатной температуре.

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

9.2.9 Подготовка хроматографической колонки

В нижнюю (оттянутую) часть вымытой и высушенной колонки помещают слой (около 0,5 см) стекловолокна или стекловаты, подготовленных по 9.2.8. Затем в хроматографическую колонку засыпают 3 г оксида алюминия, подготовленного по 9.2.3, и вновь помещают слой стекловолокна или стекловаты. Пропускают через хроматографическую колонку 10 $см^3$ четырёххлористого углерода. Первую порцию прошедшего через колонку четырёххлористого углерода – элюата (около 3 $см^3$) отбрасывают. Следующую порцию элюата собирают в чистый стакан. Измерительную кювету предварительно ополаскивают небольшим количеством элюата, затем её заполняют и измеряют массовую концентрацию НП в элюате в соответствии с 10.3.

Если измеренное значение массовой концентрации НП в элюате не превышает 0,6 $мг/дм^3$, то хроматографическая колонка пригодна для работы. При превышении указанного значения хроматографическую

колонку повторно промывают новой порцией четырёххлористого углерода и повторяют измерение по 10.3.

Оксид алюминия используют в хроматографической колонке однократно.

9.2.10 Регенерация четырёххлористого углерода

Сливы четырёххлористого углерода, образующиеся в процессе подготовки прибора к работе, ополаскивания посуды при подготовке и в ходе определения, а также после анализа проб, собирают в склянку для слива. При накоплении достаточного количества сливов выполняют очистку растворителя одним из следующих методов:

- в соответствии с МИ «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР» № 06-02 «Руководство по проведению адсорбционной очистки отходов четырёххлористого углерода»;
- после осушки натрием сернокислым перегоняют, собирая среднюю фракцию [3)].

Проверяют чистоту получаемого четырёххлористого углерода по 9.2.2 и, в случае необходимости, повторяют очистку.

Если таким образом не удается достичь нужной степени очистки, то четырёххлористый углерод не пригоден для дальнейшего использования.

9.2.11 Подготовка очищенной дистиллированной воды

Экстрагируют пробу дистиллированной воды из расчёта 20 $см^3$ четырёххлористого углерода на 1 $дм^3$ воды.

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Приготовление основного раствора НП массовой концентрации 1000 $мг/дм^3$

Основной раствор НП в четырёххлористом углероде готовят из ГСО 7822-2000 состава раствора НП (углеводородов) в четырёххлористом углероде [4)]. Для этого ГСО состава раствора НП из ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, затем ампулу тщательно промывают 5 раз четырёххлористым углеродом порциями по 3 $см^3$, сливая в

[3)] Сливы четырёххлористого углерода, содержащие ГСО состава раствора НП и смеси триглицеридов жирных кислот ***перегонке не подлежат!***

[4)] Допускается использование ГСО состава раствора НП (углеводородов) в четырёххлористом углероде другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками. В этом случае основной раствор готовят в соответствии с инструкцией по применению используемого ГСО.

мерную колбу, и затем доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация НП в полученном растворе составляет 1000 мг/дм^3.

Раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Основной раствор готовят заново в случае смены партии четырёххлористого углерода.

Основной раствор НП используют в качестве добавки при контроле качества результатов измерений.

9.3.2 Приготовление рабочего раствора НП массовой концентрации 100 мг/дм^3

Рабочий раствор НП в четырёххлористом углероде готовят разбавлением основного раствора НП. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 5,0 см^3 основного раствора НП, доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация НП в полученном растворе составляет 100 мг/дм^3.

Раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 1 месяца. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Рабочий раствор используют для установки исходных значений в соответствии с 9.4.

9.3.3 Приготовление градуировочных растворов НП

Градуировочные растворы НП в четырёххлористом углероде готовят непосредственно перед использованием путём разбавления рабочего раствора НП.

Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 1,0; 2,5; 5,0; 25,0 см^3 рабочего раствора НП и доводят объёмы растворов в колбах до метки четырёххлористым углеродом. Растворы тщательно перемешивают.

Массовая концентрация нефтепродуктов в полученных растворах составляет 2, 5, 10, 50 мг/дм^3 соответственно. Относительная погрешность по процедуре приготовления не превышает 2%.

Градуировочные растворы используют для контроля работоспособности концентратомера в области измеряемых значений массовых концентраций определяемых веществ.

9.3.4 Приготовление основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот массовой концентрации 1000 мг/дм^3

50 мг ГСО 9437-2009 [5)] состава смеси триглицеридов жирных кислот помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в четырёххлористом углероде и доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом, перемешивают.

Массовая концентрация триглицеридов жирных кислот в полученном растворе составляет 1000 мг/дм^3.

Относительная погрешность по процедуре приготовления не превышает 0,5 %.

Основной раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Основной раствор смеси триглицеридов жирных кислот используют в качестве добавки при контроле качества результатов измерений.

9.4 Подготовка концентратомера

Подготовку к работе, установку исходных значений и контроль работоспособности концентратомера серии КН осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Для установки исходных значений используют четырёххлористый углерод, применяемый при проведении анализа, и рабочий раствор нефтепродуктов массовой концентрации 100 мг/дм^3, приготовленный из этого же четырёххлористого углерода.

[5)] Допускается использование ГСО состава смеси триглицеридов жирных кислот другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками. В этом случае приготовление основного раствора следует проводить в соответствии с инструкцией по применению данного ГСО.

9.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Проверку стабильности градуировочной характеристики проводят непосредственно после установки исходных значений по 9.4.

Проверка состоит в измерении массовой концентрации НП в одном или нескольких растворах (9.3.3) в режиме «НЕФТЕПРОДУКТЫ».

Измеряют массовую концентрацию НП в приготовленном образце и сравнивают с аттестованным значением массовой концентрации НП в градуировочном растворе. Для каждого раствора проводят не менее двух измерений массовой концентрации НП в градуировочных растворах. Первый результат измерений не учитывают.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого градуировочного раствора следующего условия:

$$| X_i - C | \leq \Delta_{СИ}, \quad (1)$$

где X_i – результат i-го контрольного измерения массовой концентрации НП в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C – аттестованное значение массовой концентрации НП в градуировочном растворе, мг/дм^3;

$\Delta_{СИ}$ – предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения, мг/дм^3, рассчитанный по формуле

$$\Delta_{СИ} = 0{,}50 + 0{,}05 \cdot C \quad (2)$$

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого раствора для исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов, предусмотренных методикой.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал или при смене партий реактивов.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Экстракция

Пробу анализируемой воды полностью переносят в делительную воронку экстрактора ЭЛ-1 соответствующей вместимости, приливают разбавленную (1:9) серную кислоту, приготовленную по 9.2.6 до pH ~ 2 (контролируют по индикаторной бумаге). Если проба воды была предварительно законсервирована в соответствии с 9.1.3, то серную кислоту не добавляют. Затем добавляют 40 г хлорида натрия, подготовленного по 9.2.5, на 1 $дм^3$ пробы воды. Ёмкость, в которой находилась проба, тщательно ополаскивают 5 $см^3$ четырёххлористого углерода и выливают растворитель в делительную воронку. Добавляют туда еще 5 $см^3$ четырёххлористого углерода (с учётом консервации общий объём четырёххлористого углерода в делительной воронке должен быть 10 $см^3$).

Выполняют экстракцию с помощью экстрактора ЭЛ-1 не менее 5 минут при скорости вращения мешалки ~ 2500 об./мин. При проведении экстракции необходимо следить, чтобы экстрагент равномерно распределялся по всему объёму пробы воды, затем пробу воды отстаивают в течение (10 – 15) минут для расслоения водной и органической фаз. После расслоения фаз нижний слой (экстракт) сливают в колбу. Повторяют экстракцию с новой порцией четырёххлористого углерода объёмом 10 $см^3$. Затем экстракты объединяют и подвергают обработке по 10.2 или оставляют на хранение.

Экстракт допускается хранить в течение 1 недели при температуре (3 – 4) °С. Объём анализируемой пробы воды измеряют мерным цилиндром.

При проведении экстракции с применением экстрактора ЭЛ-1 руководствуются паспортом на ЭЛ-1. При отсутствии экстрактора ЭЛ-1 допускается проводить экстракцию в делительной воронке путём встряхивания пробы воды в течение 10 минут.

10.2 Обработка экстракта

10.2.1 Осушка экстракта

Экстракт сушат натрием сернокислым (не менее 4 г), подготовленным по 9.2.4, в течение 10 минут, добавляя его в стакан небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой. После завершения процесса осушки экстракт сливают в мерный цилиндр вместимостью 25 $см^3$, затем делят его на две приблизительно равные части (экстракт № 1 и экстракт № 2).

10.2.2 Подготовка экстракта для определения суммарной массовой концентрации НП и Ж

Экстракт № 1 заливают в измерительную кювету, которую предварительно ополаскивают этим раствором, и проводят измерение суммарной массовой концентрации НП и Ж в соответствии с 10.3.

Если массовая концентрация НП и Ж в анализируемом экстракте превышает верхнюю границу диапазона измерений прибора, то разбавляют экстракт четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2, и получают экстракт № 1А. Затем экстракт № 1А заливают в кювету, которую предварительно ополаскивают этим раствором, устанавливают в прибор и производят повторное измерение в соответствии с 10.3.

Примечание – Разбавление экстракта № 1 проводят (не более чем в 20 раз) таким образом, чтобы суммарная массовая концентрация определяемых веществ (НП и Ж) соответствовала регламентируемому диапазону измерений прибора.

Экстракт № 1А используют для определения массовой концентрации НП в соответствии с 10.2.3.

10.2.3 Подготовка экстракта для определения массовой концентрации НП

Если суммарная массовая концентрация НП и Ж в анализируемом экстракте № 1 не превышает верхнюю границу диапазона прибора, то используют экстракт № 2.

Если для измерения суммарной массовой концентрации НП и Ж потребовалось разбавление по 10.2.2, то используют экстракт № 1А.

В подготовленную по 9.2.9 хроматографическую колонку наливают 3 $см^3$ четырёххлористого углерода для смачивания. Как только четырёххлористый углерод впитается в оксид алюминия, то пропускают экстракт № 2 (или экстракт № 1А) в хроматографическую колонку. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже верхнего слоя оксида алюминия. Первые 3 $см^3$ элюата отбрасывают, а оставшуюся часть элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью (10 – 25) $см^3$ и используют для измерения массовой концентрации НП в соответствии с 10.3.

10.3 Проведение измерений

Проведение измерений осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации концентратомера.

10.3.1 Измерительную кювету, подготовленную по 9.2.1, предварительно ополаскивают небольшим количеством анализируемого раствора (экстракт № 1, экстракт № 1А или элюат, полученные по 10.2).

10.3.2 Заполняют анализируемым раствором кювету, устанавливают её в прибор и измеряют массовую концентрацию экстрагированных веществ, считывая показания прибора.

10.4 Определение НП и Ж в холостой пробе

Перед проведением анализа серии проб определяют массовую концентрацию НП и Ж в холостой пробе.

Для этого берут 1,0 $дм^3$ очищенной по 9.2.11 дистиллированной воды и обрабатывают её, как описано в 10.1 – 10.2. Измеряют массовую концентрацию экстрагируемых веществ (НП и Ж) в растворе в соответствии с 10.3.

Если измеренное значение массовой концентрации экстрагируемых веществ в анализируемом растворе является отрицательным числом, то необходимо провести очистку четырёххлористого углерода по 9.2.2. Затем повторить процедуру приготовления растворов в соответствии с 9.3 и провести установку исходных значений в соответствии с 9.4.

Если значение массовой концентрации НП и Ж в холостой пробе превышает 0,02 $мг/дм^3$, то выполняют определение повторно в соответствии 10.1 – 10.2 и, в случае необходимости, выявляют и устраняют причину загрязнения холостой пробы.

Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчёте массовой концентрации НП и Ж в пробе. Анализ холостой пробы проводят также при использовании новой партии реактивов.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Результат измерений – массовую концентрацию, экстрагированных веществ (нефтепродуктов и жиров (НП+Ж)), $X_{(НП+Ж)}$, мг/дм^3, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{(НП+Ж)} = \frac{X_{(НП+Ж)\,изм} \cdot V_{ЭК} \cdot K_Р}{V_{ПР}} - X_{(НП+Ж)\,хол}, \qquad (3)$$

где $X_{(НП+Ж)\,изм}$ – результат измерения массовой концентрации экстрагированных веществ нефтепродуктов и жиров на концентратомере, мг/дм^3;

$V_{ЭК}$ – объём четырёххлористого углерода, использованного для проведения экстракции ($V_{ЭК}$ = 20 см^3);

$K_Р$ – коэффициент разбавления, т.е. соотношение объёмов мерной колбы и аликвоты экстракта (учитывается при разбавлении по 10.2.2);

$V_{ПР}$ – объём анализируемой пробы воды, см^3;

$X_{(НП+Ж)\,хол}$ – результат измерения массовой концентрации нефтепродуктов и жиров в холостой пробе, мг/дм^3 в пересчёте на объём пробы дистиллированной воды.

Результат измерения массовой концентрации нефтепродуктов и жиров в холостой пробе, $X_{(НП+Ж)\,хол}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{(НП+Ж)\,хол} = \frac{X_{(НП+Ж)\,изм} \cdot V_{ЭК}}{V_{ПР}} \qquad (4)$$

11.2 Результат измерений – массовую концентрацию нефтепродуктов в анализируемой пробе воды, $X_{(НП)}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{(НП)} = \frac{X_{(НП)\,изм} \cdot V_{ЭК} \cdot K_Р}{V_{ПР}} - X_{(НП)хол}, \qquad (5)$$

где $X_{(НП)\,изм}$ – результат измерения массовой концентрации нефтепродуктов на концентратомере, мг/дм^3;

$V_{ЭК}$ – объём четырёххлористого углерода, использованного для проведения экстракции ($V_{ЭК}$ = 20 см^3), см^3;

$K_Р$ – коэффициент разбавления, т.е. соотношение объёмов мерной колбы и аликвоты экстракта (учитывается при его разбавлении по 10.2.2);

$V_{ПР}$ – объём анализируемой пробы воды, см^3;

$X_{(НП)хол}$ – результат измерений массовой концентрации в холостой пробе нефтепродуктов, в пересчёте на объём пробы дистиллированной воды, мг/дм^3.

Результат измерения массовой концентрации $X_{(НП)хол}$ в холостой пробе, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{(НП)\,хол} = \frac{X_{(НП)\,изм} \cdot V_{эк}}{V_{ПР}} \qquad (6)$$

11.3 Массовую концентрацию жиров $X_{(Ж)}$, мг/дм^3, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{(Ж)} = X_{(НП+Ж)} - X_{(НП)}, \qquad (7)$$

где $X_{(НП+Ж)}$ – массовая концентрация всех экстрагированных веществ, рассчитанная по формуле (3), мг/дм^3;

$X_{(НП)}$ – массовая концентрация нефтепродуктов, рассчитанная по формуле (5), мг/дм^3.

11.4 За результат анализа массовой концентрации нефтепродуктов и жиров в пробе принимают результат единичного измерения.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

Результаты измерений массовой концентрации НП или Ж, X, мг/дм^3, представляют в виде (при подтверждённом в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего документа)

$$(X \pm \Delta),\ \text{мг/дм}^3,\ P = 0{,}95 \quad \text{либо} \quad (X \pm U),\ \text{мг/дм}^3,\ P = 0{,}95 \qquad (8)$$

где X – результат измерений массовой концентрации НП или Ж, полученный в соответствии с процедурами 10.1 – 10.3, мг/дм^3;

Δ – абсолютная погрешность измерений массовой концентрации НП или Ж, мг/дм^3, вычисляемая по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \qquad (9)$$

где δ – относительная погрешность измерений массовой концентрации НП или Ж, %. Значения δ приведены в таблице 1.

U – расширенная неопределённость при $k = 2$, мг/дм^3, вычисляемая по формуле

$$U = 0{,}01 \cdot U_{(отн)} \cdot X, \qquad (10)$$

где $U_{(отн)}$ – расширенная неопределённость (в относительных единицах), %. Значения $U_{(отн)}$ при $k = 2$ приведены в таблице 1.

Примечание – Числовые значения результата измерений оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение показателя точности методики измерений (абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров).

12.2 Допустимо результат измерений представлять в виде

$$(X \pm \Delta_л),\ \text{мг/дм}^3,\ P = 0{,}95 \qquad (11)$$

при условии, что $\Delta_л < \Delta$,

где $\Delta_л$ – значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящей методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений;

либо $$(X \pm U_л),\ \text{мг/дм}^3,\ P = 0{,}95 \qquad (12)$$

при условии $U_л < U$,

где $U_л$ – значение расширенной неопределённости, установленное при реализации настоящей методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

13 ПРОЦЕДУРЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Обеспечение достоверности измерений организуют и проводят путём проведения проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости, оперативного контроля процедуры измерений и контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725 и РМГ 76.

13.1 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости

13.1.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости, проводят по результатам измерений массовой концентрации НП и Ж в образцах для контроля, приготовленных на основе стандартных образцов состава раствора НП и стандартных образцов состава смеси триглицеридов жирных кислот.

В качестве образцов для контроля (ОК) используют ГСО 7117-94 состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице и ГСО 10212-2013 массовой концентрации жиров в водорастворимой матрице (СО ЖВМ-ПА (2)).

Также можно использовать ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде и ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот (аттестованные смеси, приготовленные из основного раствора нефтепродуктов и жиров массовой концентрации 1000 мг/дм^3 по 9.3.3 и 9.3.4), аттестованные по процедуре приготовления по РМГ 60.

Контрольными образцами являются образцы, полученные путём внесения ГСО 7117-94 и ГСО 10212-2013 или аттестованных смесей, приготовленных из ГСО 7822-2000 и ГСО 9437-2009 в дистиллированную воду. Образцы готовят в посуде, где будет проводиться экстракция. Анализ образца проводят в соответствии с методикой измерений.

13.1.2 Расхождение между единичными результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01R\frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (13)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации НП и Ж, полученные в условиях воспроизводимости, мг/дм^3;

R – предел воспроизводимости, выраженный в относительных единицах. Относительные значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)	
От 0,04 до 0,25 включ.	50
Св. 0,25 до 0,50 включ.	39
Св. 0,5 до 5,0 включ.	34
Жиры (питьевые воды)	
От 0,1 до 0,5 включ.	35
Св. 0,5 до 10,0 включ.	28
Жиры (природные и очищенные сточные воды)	
От 0,1 до 0,5 включ.	36
Св. 0,5 до 10,0 включ.	34

При выполнении условия (13) приемлемы оба результата измерений. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля

Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

13.2.1 Оперативный контроль процедуры измерений проводят по следующей схеме:

- проведение контрольного измерения и получение результата контрольной процедуры;
- расчёт результата контрольной процедуры ($Кк$);
- расчёт норматива контроля ($К$).

Реализация решающего правила контроля – сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля и выводы по результатам контроля.

13.2.2 В качестве ОК используют ГСО 7117-94 состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице и ГСО 10212-2013 массовой концентрации жиров в водорастворимой матрице (СО ЖВМ-ПА (2)).

Также можно использовать ГСО 7822-2000 состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде, ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот (аттестованные смеси, приготовленные из основного раствора нефтепродуктов и жиров массовой концентрации 1000 мг/дм^3 по 9.3.3 и 9.3.4), аттестованные по процедуре приготовления по РМГ 60.

Контрольными образцами являются образцы, полученные путём внесения ГСО 7117-94 и ГСО 10212-2013 или аттестованных смесей, приготовленных из ГСО 7822-2000 и ГСО 9437-2009 в дистиллированную воду. Образцы готовят в посуде, где будет проводиться экстракция. Анализ образца проводят в соответствии с методикой измерений.

13.2.3 Результат контрольной процедуры измерений $Кк$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$Кк = |X - C|, \quad (14)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации жиров в образце для контроля, мг/дм^3;

C – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм^3.

13.2.4 Норматив контроля $К$ рассчитывают по формуле

$$К = \Delta \quad (15)$$

где Δ – характеристика погрешности результатов контрольного измерения, соответствующая аттестованному значению образца для контроля, мг/дм^3.

Значение характеристики погрешности рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \quad (16)$$

где δ – относительная погрешность измерений массовой концентрации НП или Ж, %. Значения δ приведены в таблице 1.

13.2.5 Реализация решающего правила контроля

$$|Кк| \le К \quad (17)$$

При невыполнении этого условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (17) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату и принимают меры к их устранению.

Библиография

[1] ТУ 4215-011-39120772-2009 Концентратомер КН-3. Технические условия.

[2] ТУ 4215-010-39120772-2009 Концентратомер КН-2м. Технические условия.

[3] ИШВЖ.004 ТУ Концентратомер КН-2. Технические условия.

[4] ТУ 79-337-72 Печь муфельная ПМ-8. Технические условия.

[5] ТУ 2631-027-4449317-98 Углерод четырёххлористый (тетрахлорметан) химически чистый для экстракции из водных сред. Технические условия.

[6] ТУ 6-68-164-99 Алюминий окись для хроматографии АОК-63-21. Технические условия.

[7] ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14. Технические условия.

УДК 535.243

Ключевые слова: массовая концентрация, нефтепродукты, жиры, питьевая вода, природная вода, очищенная сточная вода, метод ИК-спектрофотометрии.

Руководитель разработки:
Директор ООО «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР»
Ю.Г. Василенко
« 10 » февраля 2017 г.

Исполнители:
Главный метролог ООО «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР»
Г.Н. Орнацкая
« 10 » февраля 2017 г.

Соисполнители:
Руководитель разработки:
Заведующий лабораторией экологических исследований и хроматографического анализа (ЛЭиХА) НИОХ им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
С.В. Морозов
« 10 » февраля 2017 г.

Старший научный сотрудник
Е.И. Черняк
« 10 » февраля 2017 г.

УТВЕРЖДЕНА	Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН	МУ 08-47/390	«20» февраля 2017 г.

Руководитель предприятия-разработчика
Директор ООО «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР»
Ю.Г. Василенко
« 10 » февраля 2017 г.

TOMSK POLYTECHNIC UNIVERSITY
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина, дом 30

gost.e-ecolog.ru
e-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ
№ 08–47/390.01.00143-2013.2017

Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН,

разработанная обществом с ограниченной ответственностью «Производственно-экологическое предприятие «СИБЭКОПРИБОР» (630058, г. Новосибирск, ул. Русская, д. 41)

и регламентированная в МУ 08–47/390 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН, 2017 г, 30 с.

аттестована в соответствии с ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных исследований методики измерений.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям.

Показатели качества методики приведены в Приложении 1.

Проректор по научной работе и инновациям _____ А.Н. Дьяченко

Директор Центра метрологии _____ М.Н. Селехова

Дата выдачи: 27.02.2017 г.

Приложение 1

Показатели качества методики измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН:

Таблица 1 - Диапазон измерений, относительные значения показателей воспрозводимости и точности методики при доверительной вероятности Р=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости[1)] (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности[2)] (границы относительной погрешности при доверительной вероятности Р=0,95), ±δ,%
Нефтепродукты (питьевая, природная и очищенная сточная вода)		
От 0,04 до 0,25 включ.	18	36
Св. 0,25 до 0,50 включ.	14	28
Св. 0,5 до 5,0 включ.	12	24
Жиры (питьевая вода)		
От 0,1 до 0,5 включ.	12,5	25
Св. 0,5 до 10,0 включ.	10	20
Жиры (природная и очищенная сточная вода)		
От 0,1 до 0,5 включ.	13	32
Св. 0,5 до 10,0 включ.	12	26

[1)]Значение показателя воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента.

[2)]Соответствует относительному значению расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2.

Таблица 2 – Диапазон измерений, относительные значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в разных лабораториях), *R*, %
Нефтепродукты (питьевая, природная и очищенная сточная вода)	
От 0,04 до 0,25 включ.	50
Св. 0,25 до 0,50 включ.	39
Св. 0,5 до 5,0 включ.	34
Жиры (питьевая вода)	
От 0,1 до 0,5 включ.	35
Св. 0,5 до 10,0 включ.	28
Жиры (природная и очищенная сточная вода)	
От 0,1 до 0,5 включ.	36
Св. 0,5 до 10,0 включ.	34

gost.e-ecolog.ru