Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.24.390-2009

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ КСАНТОГЕНАТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ростов-на-Дону
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Гидрохимический институт (ГУ ГХИ) Росгидромета

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд хим. наук, Е.Л. Селютина

3 СОГЛАСОВАН с ГУ «НПО «Тайфун» 08.05.09 и УМЗА Росгидромета 29.07.09

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 29.07.09

5 АТТЕСТОВАН ГУ ГХИ, свидетельство об аттестации методики выполнения измерений № 42.24 – 2008 от 15.12.2008

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.24.390-2009 от 17.08.0.09

7 ВЗАМЕН РД 52.24.390-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации ксантогенатов в водах экстракционно-фотометрическим методом»

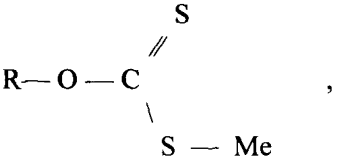
© ГУ ГХИ,
2009

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Приписанные характеристики погрешности измерения 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы .. 3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства 3
4.2 Реактивы и материалы 4
4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для перекристаллизации бутилксантогената калия 4
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
7 Требования к квалификации операторов 6
8 Условия выполнения измерений 6
9 Отбор и хранение проб 6
10 Подготовка к выполнению измерений 7
10.1 Приготовление растворов и реактивов 7
10.2 Приготовление градуировочных растворов 7
10.3 Установление градуировочной зависимости 8
10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики 8
11 Выполнение измерений 9
12 Вычисление результатов измерений 10
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 12
13.1 Общие положения 12
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости 12
13.3 Алгоритм оперативного контроля погрешности измерений с использованием образцов для контроля 13
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости
Приложение А (обязательное) Методика приготовления аттестованных растворов бутилксантогената калия АР1-Ks и АР2-Ks для установления градуировочных характеристик приборов и контроля погрешности измерений массовой концентрации ксантогенатов экстракционно-фотометрическим методом 15
Приложение Б (справочное) Перекристаллизация бутилксантогената калия 19
Приложение В (обязательное) Методика приготовления образцов для контроля погрешности результатов измерений массовых концентраций ксантогенатов в водах экстракционно-фотометрическим методом 20

Введение

Ксантогенаты - соли ксантогеновых кислот с общей формулой:



где R - алкильный радикал.

Ксантогеновые кислоты представляют собой эфиры дитиоугольной кислоты и различных спиртов: этилового, пропилового, бутилового и др.

Ксантогенаты поступают в природные воды со сточными водами обогатительных фабрик и комбинатов, где они применяются в качестве коллекторов при флотации руд, а также предприятий, производящих каучук, пестициды, различные изделия из вискозы.

Концентрации ксантогенатов в загрязненных природных водах могут колебаться от тысячных до десятых долей миллиграмма в кубическом дециметре. При повышении содержания ксантогенатов ухудшаются органолептические свойства воды, что выражается в появлении неприятного запаха и вкуса. Способность ксантогенатов окисляться нарушает газовый режим водоема, увеличивая биохимическое потребление кислорода, ухудшает санитарное состояние водоема.

Установлено, что ксантогенаты оказывают вредное воздействие на живые организмы, но их токсическое действие проявляется при значительно более высоких концентрациях, чем влияние на органолептические свойства воды. ПДК ксантогенатов зависит от алкильного радикала. ПДК бутилксантогената в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,001 мг/дм^3, в воде водных объектов рыбохозяйственного назначения - 0,03 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ КСАНТОГЕНАТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения - 2009-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации ксантогенатов в природных и очищенных сточных водах в диапазоне от 0,015 до 0,200 мг/дм^3 в пересчете на бутилксантогенат калия экстракционно-фотометрическим методом.

При анализе проб воды с массовой концентрацией ксантогенатов, превышающей 0,200 мг/дм^3, допускается выполнение измерений после разбавления пробы бидистиллированной водой таким образом, чтобы массовая концентрация ксантогенатов в разбавленной пробе находилась в пределах указанного выше диапазона измеряемых концентраций.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для применения в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

Примечание - Ссылки на остальные нормативные документы, приведены в разделах 4, А.3, А.4, В.3.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации ксантогенатов, X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,015 до 0,200 включ.	0,002+0,030·X	0,003+0,041·X	0,006	0,008+0,074·X

При выполнении измерений ксантогенатов в пробах с массовой концентрацией свыше 0,200 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta\cdot\eta$, где Δ – погрешность измерения концентрации ксантогенатов в разбавленной пробе; η- степень разбавления.

Предел обнаружения ксантогенатов составляет 0,01 мг/дм^3.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Спектрофотометр любого типа, позволяющий проводить измерения в УФ- области спектра (СФ-46, СФ-56 и др.).

4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.3 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 pH-метр или иономер любого типа (pH-150, И-500, Экотест-2000, Анион-410 и др.) с измерительным стеклянным и хлорсеребрянным вспомогательным электродами.

4.1.5 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 100 $см^3$ - 2 шт., 200 $см^3$ - 2 шт., 500 $см^3$ - 6 шт.

4.1.6 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1,2 по ГОСТ 29227-91, вместимостью: 1 $см^3$ - 3 шт., 2 $см^3$ - 1 шт., 5 $см^3$ - 3 шт., 10 $см^3$ - 2 шт.

4.1.7 Пипетка с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91, вместимостью 5 $см^3$ - 1 шт.

4.1.8 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 $см^3$ – 2 шт., 100 $см^3$ – 2 шт., 250 $см^3$ - 2 шт., 500 $см^3$ - 2 шт.

4.1.9 Воронки делительные ВД исполнения 1, ХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 50 $см^3$ - 4 шт., 500 $см^3$ - 4 шт.

4.1.10 Стаканы химические по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 50 $см^3$ - 1 шт., 250 $см^3$ - 2 шт., 600 $см^3$ - 1 шт.

4.1.11 Пробирки градуированные исполнения 1 (центрифужные) по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 $см^3$ – 10 шт.

4.1.12 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9 и 24/10 по ГОСТ 25336 -82 - 2 шт.

4.1.13 Воронки лабораторные, тип В по ГОСТ 25336-82 диаметром: 56 мм – 1 шт., 100 мм – 2 шт.

4.1.14 Палочки стеклянные – 2 шт.

4.1.15 Флаконы аптечные с навинчивающимися пробками и плотным полиэтиленовым вкладышем для хранения экстрактов вместимостью 10 - 25 $см^3$.

4.1.16 Посуда стеклянная для хранения проб и растворов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5 $дм^3$.

4.1.17 Флаконы полиэтиленовые (полипропиленовые) для хранения растворов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5 $дм^3$.

4.1.18 Шпатель по ГОСТ 9147-80.

4.1.19 Центрифуга настольная типа ОПн-3Ухл4.2 по ТУ 5.375-4260-75.

4.1.20 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.21 Холодильник бытовой.

Примечание - Допускается использование других типов средств измерений, посуды и оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Калия бутилксантогенат по ТУ 6-09-833-76, ч.

4.2.2 Натрий уксуснокислый 3-водный (ацетат натрия) по ГОСТ 199-78, ч.д.а.

4.2.3 Никель сернокислый 7-водный (сульфат никеля) по ГОСТ 4465-74, ч.д.а.

4.2.4 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

4.2.5 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, х.ч. или ч.д.а.

4.2.6 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.

4.2.7 Кислота уксусная по ГОСТ 61-75, х.ч.

4.2.8 Толуол по ГОСТ 5789-78, ч.д.а.

4.2.9 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.10 Вода бидистиллированная.

4.2.11 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.12 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181-76.

Примечание - Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной и технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для перекристаллизации бутилксантогената калия

4.3.1 Термометр по ГОСТ 29224-91 с диапазоном измеряемых температур до 100 ^{0}С и ценой деления не более 1 ^{0}С

4.3.2 Колба коническая Кн по ГОСТ 25336-82 вместимостью 500 см^3 – 1 шт.

4.3.3 Установка из термически стойкого стекла (ТС) для перегонки растворителей (колба круглодонная К-1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1 дм^3, ёлочный дефлегматор длиной не менее 250 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32 , насадка Н1-19/26-

14/23-14/23, холодильник с прямой трубкой ХПТ-1 с взаимозаменяемыми конусами 14/23, алонж АИ -14/23) по ГОСТ 25336-82.

4.3.4 Холодильник ХПТ исполнения 2 с взаимозаменяемым конусом 29/32 по ГОСТ 25336-82 - 1 шт.

4.3.5 Колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336-82 вместимостью 500 $см^3$ - 1 шт.

4.3.6 Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147-80 – 1 шт.

4.3.7 Воронка фильтрующая ВФ без шлифа с пористой пластиной (пор 100-160 мкм) по ГОСТ 25336-82 – 1 шт.

4.3.8 Вакуум-эксикатор по ГОСТ 25336-82 – 1 шт.

4.3.9 Насос вакуумный любого типа.

4.3.10 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

4.3.11 Баня водяная.

4.3.12 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87.

4.3.13 Этилацетат по ГОСТ 22300-76, ч.д.а.

4.3.14 Ацетон по ТУ 6-09-3513-86, ос.ч., или по ГОСТ 2603-79, ч.д.а, перегнанный.

4.3.15 Диэтиловый эфир (для наркоза).

4.3.16 Кальций оксид по ГОСТ 8677-76, ч.д.а.

4.3.17 Кальция хлорид обезвоженный по ТУ 6-09-4711-81, ч.

5 Метод измерений

Определение ксантогенатов основано на извлечении их из воды толуолом в виде ксантогената никеля с последующей реэкстракцией аммиаком в виде свободного ксантогенат-иона. Концентрацию ксантогенатов в аммиачном реэкстракте определяют измерением оптической плотности на спектрофотометре при длине волны 301 нм. Идентификацию реэкстрагированного ксантогената производят по наличию максимума поглощения при длине волны 301 нм по отношению к поглощению при длине волны 290 и 310 нм.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации ксантогенатов в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4. Выполнение измерений следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

6.5 Сливы толуола запрещается выливать в канализацию. Их собирают в специальную тару и утилизируют в соответствии с действующими правилами или регенерируют.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее года и освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±5) °С ;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб для выполнения измерений массовой концентрации ксантогенатов производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы отбирают в склянки вместимостью не менее 0,5 $дм^3$ с притертыми или завинчивающимися пробками с плотными полиэтиленовыми вкладышами так, чтобы в склянке не оставался воздух. Ксантогенаты являются неустойчивыми соединениями, поэтому анализ проб должен быть выполнен не позднее 3 ч с момента отбора. В течение 2 суток пробы можно хранить в герметично закрытых склянках в холодильнике при 2-4 °С.

Более длительное хранение проб (до 10 дней) возможно в виде толуольных экстрактов во флаконах с завинчивающимися пробками с плот-

ным полиэтиленовым вкладышем вместимостью не более 25 $см^3$. Хранить экстракты следует в темноте.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор сульфата никеля, 0,04 моль/$дм^3$

Растворяют 2,25 г сульфата никеля $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ в 200 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив.

10.1.2 Раствор ацетата натрия, 1 моль/$дм^3$

Растворяют 27,2 г ацетата натрия $Na(CH_3COO) \cdot 3H_2O$ в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

10.1.3 Раствор уксусной кислоты, 1 моль/$дм^3$

Отбирают с помощью цилиндра вместимостью 25 $см^3$ 12 $см^3$ уксусной кислоты, помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой.

10.1.4 Ацетатный буферный раствор, pH 5,2±0,1

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 21 $см^3$ раствора уксусной кислоты с концентрацией 1 моль/$дм^3$ цилиндром вместимостью 25 $см^3$ и 79 $см^3$ раствора ацетата натрия с концентрацией 1 моль/$дм^3$ цилиндром вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Корректируют pH буферного раствора с помощью pH-метра. Хранят раствор не более месяца.

10.1.5 Раствор аммиака (1:1)

К 250 $см^3$ концентрированного раствора аммиака добавляют 250 $см^3$ бидистиллированной воды и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

10.1.6 Раствор соляной кислоты, 0,1 моль/$дм^3$

Растворяют 0,83 $см^3$ соляной кислоты в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор устойчив.

10.1.7 Раствор гидроксида натрия, 0,1 моль/$дм^3$

Растворяют 0,4 г гидроксида натрия в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из бутилксантогената калия в соответствии с приложением А.

Для приготовления аттестованных растворов допускается использовать без перекристаллизации бутилксантогенат калия, имеющий светло-желтую окраску. При потемнении препарата его следует перекристаллизовать (см. приложение Б).

10.3 Установление градуировочной зависимости

10.3.1 Для приготовления градуировочных образцов в мерные колбы вместимостью 500 $см^3$ приливают примерно 2/3 объема бидистиллированной воды, затем последовательно градуированной пипеткой вместимостью 5 $см^3$ добавляют 0,75; 1,50; 2,25; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ градуировочного раствора с массовой концентрацией бутилксантогената калия 0,0200 $мг/см^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация бутилксантогената в полученных градуировочных образцах будет равна соответственно: 0,030; 0,060; 0,090; 0,120; 0,160; 0,200 $мг/дм^3$.

10.3.2 Отмеряют цилиндром 400 $см^3$ каждого градуировочного образца, переносят его в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ и далее проводят обработку образцов и измерение оптической плотности, как описано в разделе 11. Одновременно выполняют холостой опыт, используя 400 $см^3$ бидистиллированной воды. Измеряют оптическую плотность реэкстракта при длине волны 290, 301 и 310 нм в кварцевых кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит аммиак (1:1). Рассчитывают оптическую плотность каждого образца как разность значения оптической плотности, измеренной при длине волны 301 нм, и среднего арифметического значения оптических плотностей, измеренных при длинах волн 290 и 310 нм.

Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности растворов, содержащих ксантогенаты. Градуировочную зависимость оптической плотности от концентрации ксантогенатов в образцах рассчитывают методом наименьших квадратов.

10.3.3 Градуировочную зависимость устанавливают при замене измерительного прибора, но не реже одного раза в год.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед выполнением измерений массовой концентрации ксантогенатов. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.3 (не менее 3 образцов).

Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X - C| \leq \sigma_R, \quad (1)$$

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

C – приписанное значение массовой концентрации ксантогенатов в образце, мг/дм^3;

σ_R – показатель воспроизводимости для концентрации C, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерения с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градировочную зависимость.

10.4.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации ксантогенатов в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Выполнение измерений

11.1 Отмеряют 400 см^3 анализируемой воды с помощью мерного цилиндра вместимостью 500 см^3 и помещают ее в делительную воронку вместимостью 500 см^3. Если в пробе визуально заметно присутствие взвешенных веществ, ее предварительно фильтруют через складчатый бумажный фильтр «белая лента». Проверяют pH пробы универсальной индикаторной бумагой. Вода должна иметь pH 6,0 - 8,6, в противном случае пробу нейтрализуют раствором соляной кислоты или гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3. К пробе добавляют 25 см^3 ацетатного буферного раствора, 5 см^3 раствора сульфата никеля и 6 см^3 толуола. (При анализе вод, образующих обильную и не расслаивающуюся долгое время эмульсию, которая затрудняет отделение экстракта, допускается увели-

чить объем толуола до 8-10 см^3). Содержимое воронки встряхивают в течение 2 мин.

Через 10 мин водный слой сливают как можно полнее, а органический экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 50 см^3, приливают пипеткой 6 см^3 раствора аммиака (1:1) и реэкстрагируют ксантогенат в течение 1 мин. После расслоения фаз (через 4-5 мин) реэкстракт сливают в центрифужную пробирку и центрифугируют при 1500 об/мин в течение 2 мин. С помощью пипетки переносят аммиачный реэкстракт в кварцевую кювету с толщиной поглощающего слоя 1 см и измеряют оптическую плотность реэкстракта на спектрофотометре при длинах волн 290, 301 и 310 нм относительно раствора аммиака (1:1).

11.2 Подготовку спектрофотометра к работе и проведение измерений осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации конкретного прибора.

Наличие максимума поглощения при длине волны 301 нм указывает на присутствие ксантогенатов. Отсутствие максимума поглощения при длине волны 301 нм по отношению к поглощению при длинах волн 290 и 310 нм указывает на отсутствие ксантогенатов в количествах, измеряемых с помощью данной методики.

11.3 Холостой опыт выполняют аналогично, используя 400 см^3 дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

При концентрации ксантогенатов более 0,200 мг/дм^3 отбирают меньшую аликвоту воды и доводят ее до объема 400 см^3 бидистиллированной водой. Объем аликвоты выбирают таким образом, чтобы концентрация ксантогенатов в разбавленной пробе находилась в диапазоне от 0,100 до 0,200 мг/дм^3.

12 Вычисление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию ксантогенатов в анализируемой воде X, мг/дм^3, в пересчете на бутилксантогенат калия находят по градуировочной зависимости, используя оптическую плотность реэкстракта A_x, измеренную при длине волны 301 нм (A_{301}) по отношению к среднему значению оптических плотностей, измеренных при длинах волн 290 и 310 нм (A_{290} и A_{310} соответственно):

$$A_x = A_{301} - \frac{A_{290} + A_{310}}{2}, \qquad (2)$$

При анализе разбавленной пробы концентрацию ксантогенатов X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = X_Г \cdot \frac{400}{V}, \quad (3)$$

где $X_Г$ - массовая концентрация ксантогенатов, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

V - объем пробы воды, взятый для анализа, см^3.

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

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \ (P=0,95), \quad (4)$$

где $\pm\Delta$ – границы характеристики погрешности результата измерения для данной массовой концентрации ксантогенатов, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности; последние не должны содержать более двух значащих цифр.

12.3 Допустимо представлять результат в виде

$$X \pm \Delta_л \ (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \quad (5)$$

где $\pm\ \Delta_л$ – границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, погрешности).

13.1.2 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Контроль повторяемости результатов измерений осуществляют периодически для серии из 10-15 рабочих проб. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют измерение в соответствии с разделом 11.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_к = \left| X_1 - X_2 \right|, \qquad (6)$$

где X_1, X_2 – результаты измерений массовой концентрации ксантогенатов в пробе, мг/дм^3.

13.2.3 Предел повторяемости $r_п$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_п = 2{,}77 \cdot \sigma_r, \qquad (7)$$

где σ_r – показатель повторяемости методики, мг/дм^3 (таблица 1).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \le r_п. \qquad (8)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (8) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результата-

ми с нормативом контроля равным $3,6 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.3 Алгоритм оперативного контроля погрешности измерений с использованием образцов для контроля

13.3.1 В качестве образцов для контроля используют аттестованные растворы ксантогенатов, методика приготовления которых приведена в приложении В. Для выполнения оперативного контроля следует выбирать образцы, в которых массовая концентрация ксантогенатов наиболее близка к концентрации ксантогенатов в анализируемых пробах воды.

13.3.2 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

13.3.3 Результат контрольной процедуры $К_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = Х_к - С_к, \quad (9)$$

где $Х_к$ - результат контрольного измерения аттестованной характеристики образца для контроля, мг/дм^3;

$С_к$ - значение аттестованной характеристики образца для контроля, мг/дм^3.

13.3.4 Норматив контроля К, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К = \Delta_л, \quad (10)$$

где $\Delta_л$ - характеристика лабораторной погрешности результатов измерений, соответствующая значению аттестованной характеристики образца для контроля, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формуле $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$.

13.3.5 Результат контрольной процедуры сравнивают с нормативом контроля.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|К_к| \leq К, \quad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77 \cdot \sigma_R. \qquad (12)$$

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(обязательное)

Методика приготовления аттестованных растворов бутилксантогената калия АР1-Ks и АР2-Ks для установления градуировочных характеристик приборов и контроля погрешности измерений массовой концентрации ксантогенатов экстракционно-фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов бутилксантогената калия, предназначенных для установления градуировочных зависимостей и контроля погрешности результатов измерений массовой концентрации ксантогенатов в природных и очищенных сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов бутилксантогената калия

Наименование характеристики	Значение метрологических характеристик для аттестованного раствора	
	АР1-Ks	АР2-Ks
Аттестованное значение массовой концентрации бутилксантогената калия, мг/см^3	1,000	0,0200
Границы погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации бутилксантогената калия (Р=0,95), мг/см^3	0,020	0,0005

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 $см^3$ – 2 шт.

А.3.3 Пипетка градуированная 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 вместимостью 2 $см^3$ – 1 шт.

А.3.4 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82.

А.3.5 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

А.3.6 Палочка стеклянная.

А.3.7 Шпатель.

А.3.8 Флакон темного стекла для хранения аттестованного раствора вместимостью 100 $см^3$.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Калия бутилксантогенат по ТУ 6-09-833-76, ч., с содержанием основного вещества не менее 98 %.

А.4.2. Вода бидистиллированная.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

А.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-Ks

Взвешивают 0,1000 г бутилксантогената калия с точностью до четвертого знака после запятой, растворяют навеску в бидистиллированной воде, количественно переносят ее в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию бутилксантогената калия 1,000 мг/$см^3$.

А.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-Ks

Градуированной пипеткой вместимостью 2 $см^3$ отбирают 2,00 $см^3$ раствора АР1-Ks, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию бутилксантогената калия 0,0200 мг/$см^3$.

А.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации бутилксантогената калия в растворе АР1-Ks C_1, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 1000}{V}, \qquad (А.1)$$

где m - масса навески бутилксантогената калия, г;

V - вместимость мерной колбы, см^3.

А.6.2 Аттестованное значение массовой концентрации бутилксантогената калия в растворе АР2-Ks C_2, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V}, \qquad (А.2)$$

где V_1 - объем раствора АР1- Ks, см^3.

А.6.3 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Ks Δ_1, мг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_\mu}{\mu})^2 + (\frac{\Delta_m}{m})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2}, \qquad (А.3)$$

где Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ - массовая доля основного вещества (бутилксантогената калия) в реактиве, приписанная реактиву квалификации ч., %;

Δ_m - предельная погрешность взвешивания, г;

Δ_V - предельное значение отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР1-Ks равна

$$\Delta_1 = 1{,}00 \cdot \sqrt{(\frac{2{,}0}{100})^2 + (\frac{0{,}0002}{0{,}100})^2 + (\frac{0{,}2}{100})^2} = 0{,}0200 \text{ мг/см}^3.$$

А.6.4 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Ks Δ_2, мг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2}, \qquad (А.4)$$

где Δ_{V_i} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, $см^3$.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР2-Ks равна

$$\Delta_2 = 0{,}0200 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}020}{1{,}00})^2 + (\frac{0{,}02}{2})^2 + (\frac{0{,}2}{100})^2} = 0{,}0005 \text{ мг/см}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним специальным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее года.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения раствора, массовой концентрации бутилксантогената калия в растворе, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-Ks следует хранить в течение суток в темной, плотно закрытой склянке при комнатной температуре или 3 сут в холодильнике. Аттестованный раствор АР2-Ks используют в течение рабочего дня.

Приложение Б
(справочное)

Перекристаллизация бутилксантогената калия

Б.1 Абсолютирование этилового спирта

Для получения абсолютного спирта в круглодонную колбу вместимостью 1,0 $дм^3$ помещают 0,5 $дм^3$ этилового спирта, добавляют 125 г свежепрокаленного и охлажденного в эксикаторе оксида кальция, закрывают колбу пробкой с хлоркальциевой трубкой и оставляют на два дня, время от времени перемешивая. Затем кипятят на водяной бане с обратным холодильником от 30 до 40 мин для удаления альдегидов, после чего перегоняют с применением дефлегматора. Абсолютный этиловый спирт хранят в склянке с притертой пробкой. Выход абсолютного этилового спирта около 350 $см^3$.

Б.2 Перекристаллизация бутилксантогената калия

В сухую коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 250 - 300 $см^3$ абсолютного этилового спирта и при нагревании на водяной бане (от 30 °С до 35 °С) постепенно при перемешивании прибавляют бутилксантогенат калия до получения насыщенного раствора. Раствор фильтруют через воронку Бюхнера с бумажным фильтром «белая лента». В фильтрат, охлаждаемый льдом, постепенно приливают этилацетат для осаждения бутилксантогената калия. Осадок отфильтровывают на воронке с пористым фильтром. Бутилксантогенат калия на фильтре растворяют в 100 $см^3$ ацетона и добавляют 100 $см^3$ толуола. Выпавший осадок вновь отфильтровывают, промывают диэтиловым эфиром и сушат в вакуумном эксикаторе. Хранят очищенный перекристаллизацией бутилксантогенат калия в склянке с притертой пробкой в эксикаторе над хлоридом кальция.

Содержание основного вещества в полученном препарате должно быть не менее 99 %.

Приложение В
(обязательное)

Методика
приготовления образцов для контроля погрешности результатов измерений массовых концентраций ксантогенатов в водах экстракционно-фотометрическим методом

В.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления образцов для контроля (ОК) на основе бутилксантогената калия, предназначенных для контроля погрешности результатов измерений массовой концентрации ксантогенатов в природных и очищенных сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

В.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики ОК приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 - Метрологические характеристики ОК

Наименование характеристики	Значение метрологической характеристики для ОК			
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
Аттестованное значение массовой концентрации бутилксантогената калия, мг/дм^3	0,0200	0,0400	0,1000	0,2000
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации бутилксантогената калия (P=0,95), мг/дм^3	0,0006	0,0013	0,0032	0,0051

В.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

В.3.1 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50 см^3 - 4 шт.

В.3.2 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 3 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1 см^3 - 1 шт.; 5 см^3 - 1 шт.

В.3.3 Пипетка с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2, по ГОСТ 29169-91 вместимостью 5 см^3 - 1 шт.

В.3.4 Аттестованный раствор АР2-Ks с массовой концентрацией бутилксантогената калия (0,0200±0,0005) мг/см^3 (см. приложение А).

В.3.5 Вода бидистиллированная.

В.4 Процедура приготовления ОК

В.4.1 Приготовление ОК № 1

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 $см^3$ приливают 0,50 $см^3$ аттестованного раствора бутилксантогената калия с массовой концентрацией 0,0200 $мг/см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию бутилксантогената калия 0,0200 $мг/дм^3$.

В.4.2 Приготовление ОК № 2

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 $см^3$ приливают 1,00 $см^3$ аттестованного раствора бутилксантогената калия с массовой концентрацией 0,0200 $мг/см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию бутилксантогената калия 0,0400 $мг/дм^3$.

В.4.3 Приготовление ОК № 3

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ при помощи градуированной пипетки вместимостью 5 $см^3$ приливают 2,50 $см^3$ аттестованного раствора бутилксантогената калия с массовой концентрацией 0,0200 $мг/см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию бутилксантогената калия 0,1000 $мг/дм^3$.

В.4.4 Приготовление ОК № 4

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ при помощи пипетки с одной отметкой вместимостью 5 $см^3$ приливают 5,00 $см^3$ аттестованного раствора бутилксантогената калия с массовой концентрацией 0,0200 $мг/см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию бутилксантогената калия 0,2000 $мг/дм^3$.

В.5 Расчет метрологических характеристик ОК

В.5.1 Расчет погрешности приготовления ОК для контроля точности результатов измерений массовой концентрации бутилксантогената калия Δ_i, $мг/дм^3$, выполняют по формуле

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{(\frac{\Delta}{C})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2 + (\frac{\Delta_{V_i}}{V_i})^2}, \qquad (В.1)$$

где C_i - приписанное ОК значение массовой концентрации бутилксантогената калия, мг/дм^3;

Δ - погрешность приготовления аттестованного раствора, используемого для приготовления ОК, мг/дм^3;

С - значение массовой концентрации бутилксантогената калия в аттестованном растворе, используемом для приготовления ОК, мг/дм^3;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V - вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_i} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см^3;

V_i - номинальный объем аттестованного раствора, отбираемый пипеткой, см^3.

Погрешность приготовления ОК № 1 равна:

$$\Delta_1 = 0{,}0200 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0005}{0{,}0200})^2 + (\frac{0{,}4}{500})^2 + (\frac{0{,}01}{0{,}50})^2} = 0{,}0006 \text{ мг/дм}^3.$$

Массовая концентрация бутилксантогената калия в ОК № 1 отличается от приписанного значения не более чем на 0,0006 мг/дм^3.

Погрешность приготовления ОК № 2 равна:

$$\Delta_2 = 0{,}0400 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0005}{0{,}0200})^2 + (\frac{0{,}4}{500})^2 + (\frac{0{,}01}{1{,}0})^2} = 0{,}0013 \text{ мг/дм}^3.$$

Массовая концентрация бутилксантогената калия в ОК № 2 отличается от приписанного значения не более чем на 0,0013 мг/дм^3.

Погрешность приготовления ОК № 3 равна:

$$\Delta_3 = 0{,}1000 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0005}{0{,}0200})^2 + (\frac{0{,}4}{500})^2 + (\frac{0{,}05}{2{,}5})^2} = 0{,}0032 \text{ мг/дм}^3.$$

Массовая концентрация бутилксантогената калия в ОК № 3 отличается от приписанного значения не более чем на 0,0032 мг/дм^3.

Погрешность приготовления ОК № 4 равна:

$$\Delta_4 = 0{,}2000 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}0005}{0{,}0200})^2 + (\frac{0{,}4}{500})^2 + (\frac{0{,}03}{5{,}0})^2} = 0{,}0051 \text{ мг/дм}^3.$$

Массовая концентрация бутилксантогената калия в ОК № 4 отличается от приписанного значения не более чем на 0,0051 мг/дм^3.

В.7 Требования безопасности

При приготовлении ОК следует соблюдать общие требования техники безопасности в химических лабораториях.

В.8 Требования к квалификации операторов

ОК может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием.

В.9 Требования к маркировке

На колбу с ОК должна быть нанесена надпись с указанием номера, массовой концентрации бутилксантогената калия, погрешности ее установления и даты приготовления. Если ОК является шифрованным, на колбу наносят его условное обозначение, принятое в лаборатории.

В.10 Условия хранения

ОК № 1 и № 2 используют в течение 1 ч с момента приготовления, ОК № 3 и № 4 – в течение 3 ч. От момента приготовления до использования ОК хранят в темном прохладном месте в мерной колбе.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

344090, г. Ростов-на-Дону
пр. Стачки, 198

Факс: (863) 222-44-70
Телефон (863) 297-51-63

gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений **№42.24-2008**

Методика выполнения измерений массовой концентрации ксантогенатов в водах экстракционно-фотометрическим методом,

разработанная Государственным учреждением Гидрохимический институт

и регламентированная РД 52.24.390-2009. Массовая концентрация ксантогенатов в водах. Методика выполнения измерений экстракционно-фотометрическим методом,

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

В результате аттестации установлено, что методика выполнения измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности измерений и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измеряемых массовых концентраций ксантогенатов, X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,015 до 0,200 включ.	0,002+0,030·X	0,003+0,041·X	0,006	0,008+0,074·X

Таблица 2 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измеряемых массовых концентраций ксантогенатов, X, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, мг/дм^3
От 0,015 до 0,200 включ.	0,006+0,083 ·X	0,008+0,11·X

При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.390-2009.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Дата выдачи 15 декабря 2008.

Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru