МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

РД 52.24.435-2008

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ МЕДИ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С 8,8'-ДИХИНОЛИЛДИСУЛЬФИДОМ

Ростов-на-Дону
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Гидрохимический институт»

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

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 10.11.2008 г.

5 АТТЕСТОВАН ГУ ГХИ, свидетельство об аттестации от 5.08.2008 г. № 89.24-2008

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ГУ «НПО «Тайфун» 27.11.2008 г. за номером РД 52.24.435-2008

Внесен в Федеральный реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора за номером ФР. 1.31.2009.06159

7 ВЗАМЕН РД 52.24.435-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации меди в водах фотометрическим методом с 8,8'-дихинолилдисульфидом».

© Росгидромет, ГУ ГХИ,
2008

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 5
5 Метод измерений 6
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 6
7 Требования к квалификации операторов 6
8 Условия выполнения измерений 7
9 Отбор и хранение проб 7
10 Подготовка к выполнению измерений 7
10.1 Приготовление растворов и реактивов 7
10.2 Приготовление градуировочных растворов 8
10.3 Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений при объеме пробы 1000 $см^3$ 9
10.4 Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений при объеме пробы 100 $см^3$ 9
10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики 10
11 Выполнение измерений 12
11.1 Выполнение измерений при объеме пробы 1000 $см^3$ 12
11.2 Выполнение измерений при объеме пробы 100 $см^3$ 13
11.3 Устранение мешающих влияний 14
12 Вычисление результатов измерений 14
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 15
13.1 Общие положения 15
13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок 16
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости 17
Приложение А (рекомендуемое) Очистка и регенерация хлороформа 18
Приложение Б (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов меди АР1-Cu и АР2-Cu для установления градуировочных характеристик приборов и контроля погрешности измерений массовой концентрации меди фотометрическим методом 19

Введение

Медь относится к распространенным элементам земной коры и входит в состав большого числа минералов. Наиболее распространенными из них являются халькопирит $CuFeS_2$, халькозин (медный блеск) Cu_2S, ковеллин CuS, малахит $Cu_2(OH)_2CO_3$.

Основным природным источником поступления меди в поверхностные воды являются процессы химического выветривания горных пород и минералов, сопровождающиеся их растворением.

Антропогенное загрязнение водных объектов соединениями меди обусловлено выносом их со сточными водами многих отраслей промышленности, прежде всего горнодобывающих (рудообогатительных), металлургических, химических предприятий. Значительные количества меди могут поступать с сельскохозяйственных угодий, особенно в районах развитого садоводства и виноградарства.

Соединения меди могут присутствовать в водах в растворённой и взвешенной формах. Соотношение между ними в значительной степени определяется величиной pH и составом воды. Растворённые формы меди могут быть представлены как гидратированными ионами и гидроксокомплексами типа $[CuOH]^+$, $[Cu(OH)_2]^0$, $[Cu(OH)_3]^-$ так и комплексными соединениями с минеральными и органическими веществами вод (преимущественно комплексными соединениями с гуминовыми и фульвокислотами). Для меди характерна очень высокая степень (до 90 %) закомплексованности гуминовыми и фульвокислотами, поэтому в гумифицированных водах значительная часть ее находится в растворенной форме. Хотя для меди возможны две степени окисления - Cu(I) и Cu(II), в условиях природных вод существуют преимущественно соединения Cu(II); Cu(I) может иногда обнаруживаться лишь в виде нерастворимых прочных соединений, например Cu_2S.

В малозагрязненных поверхностных водах суши концентрация растворенных форм меди составляет менее 10 мкг/дм^3 . Более высокие концентрации растворенных форм можно обнаружить в районах залегания соответствующих руд и при наличии в воде значительного количества гуминовых и фульвокислот.

Медь относится к числу активных микроэлементов. Она входит в состав некоторых важных энзимов, участвующих в процессах фотосинтеза и метаболизма различных организмов, включая человека.

Однако повышенное содержание меди в воде оказывает токсическое воздействие на гидробионты и человека.

Предельно-допустимая концентрация (ПДК) растворенных форм меди в воде водных объектов рыбохозяйственного назначения составляет 0,001 мг/дм^3. В водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения ПДК меди составляет 1,0 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ МЕДИ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С 8,8'-ДИХИНОЛИЛДИСУЛЬФИДОМ

Дата введения 2009-02-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации растворенных форм меди в природных и очищенных сточных водах в диапазоне от 1,0 до 100 мкг/дм^3 фотометрическим методом.

При анализе проб воды с массовой концентрацией меди, превышающей 100 мг/дм^3, допускается выполнение измерений после разбавления пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы массовая концентрация меди в разбавленной пробе находилась в пределах указанного выше диапазона измеряемых концентраций.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования 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, Б.3, Б.4.

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 меди, X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
Объем анализируемой пробы 1000 см^3				
От 1,0 до 20,0 включ.	0,1+0,02 X	0,1+0,04 X	0,1+0,06 X	0,2+0,12 X
Объем анализируемой пробы 100 см^3				
От 20 до 100 включ.	1+0,03 X	1+0,05 X	2+0,06 X	3+0,12 X

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией меди свыше 100 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерений массовой концентрации натрия в исходной пробе $\pm\Delta$ находят по формуле

$$\pm\Delta=(\pm\Delta_1)\cdot\eta; \quad (1)$$

где $\pm\Delta_1$ - показатель точности измерения массовой концентрации меди в разбавленной пробе, рассчитанный по уравнению таблицы 1;

η - степень разбавления.

Предел обнаружения меди фотометрическим методом с 8,8'- дихинолилдисульфидом равен 0,5 мкг/дм^3.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2, 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 наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4.1.4 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224-91 с диапазоном от 0 ^{0}С до 100 ^{0}С.

4.1.5 Государственный стандартный образец состава водных растворов ионов меди ГСО 7255-96.

4.1.6 Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 исполнения 2, 2а вместимостью: 50 см^3 – 1 шт., 100 см^3 – 1 шт., 500 см^3 – 1 шт.

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

4.1.8 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 5 $см^3$ – 1 шт., 10 $см^3$ - 1 шт., 20 $см^3$ - 1 шт., 50 $см^3$ - 1 шт.

4.1.9 Пробирки градуированные исполнения 2 или колбы мерные с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 $см^3$ – 7 шт.

4.1.10 Цилиндры мерные исполнения 1,3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 $см^3$ – 2 шт., 50 $см^3$ – 1 шт., 100 $см^3$ – 2 шт., 250 $см^3$ – 1 шт., 500 $см^3$ – 1 шт., 1 $дм^3$ – 2 шт.

4.1.11 Стаканы В-1, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 50 $см^3$ – 1 шт., 100 $см^3$ – 1 шт., 250 $см^3$ – 2 шт., 600 $см^3$ – 2 шт.

4.1.12 Колбы конические Кн, исполнения 2, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 250 $см^3$ – 6 шт., 2 $дм^3$ – 6 шт.

4.1.13 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/8, СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82 – 2 шт.

4.1.14 Воронки делительные ВД исполнения 1,3 по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 250 $см^3$ – 4 шт., 2 $дм^3$ – 4 шт.

4.1.15 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82 диаметром: 36 мм – 7 шт., 56 мм – 1 шт., 100 мм - 1 шт.

4.1.16 Установка из термически стойкого стекла для перегонки растворителей (круглодонная колба К-1 вместимостью 1 $дм^3$ со взаимозаменяемым конусом 29/32, елочный дефлегматор длиной не менее 250 мм со взаимозаменяемыми конусами 19/26-29/32, холодильник прямой ХПТ исполнения 1 со взаимозаменяемыми конусами 14/23 длиной 300 мм или 400 мм и аллонж АИ-14/23) по ГОСТ 25336-82 – 1 шт.

4.1.17 Эксикатор исполнения 2, диаметром 190 мм по ГОСТ 25336.

4.1.18 Палочка стеклянная.

4.1.19 Шпатели.

4.1.20 Склянки для хранения растворов темного стекла с завинчивающимися или притертыми пробками вместимостью 100 $см^3$.

4.1.21 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 100 $см^3$, 500 $см^3$, 1000 $см^3$.

4.1.22 Электроплитка с регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.

4.1.23 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.

4.1.24 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.25 Холодильник бытовой.

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

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Медь сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165-78, х.ч. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 8,8'-дихинолилдисульфид, $C_{18}H_{12}N_2S_2$, импортный.

4.2.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

4.2.4 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

4.2.5 Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, концентрированная, х.ч.

4.2.6 Кислота аскорбиновая фармакопейная.

4.2.7 Аммоний щавелевокислый 1-водный (оксалат аммония) по ГОСТ 5712-78, х.ч.

4.2.8 Водорода пероксид по ГОСТ 10929-76, х.ч.

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

4.2.10 Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015-88, очищенный.

4.2.11 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам.

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

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

4.2.14 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556-81

4.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.16 Вода бидистиллированная.

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

5 Метод измерений

Выполнение измерений основано на высокоизбирательном взаимодействии ионов меди (II) с 8,8'-дихинолилдисульфидом с образованием труднорастворимого в воде тиооксината меди (I). Полученный комплекс извлекают хлороформом, измеряют его оптическую плотность при длине волны 455 нм и по градуировочной зависимости находят пропорциональную оптической плотности концентрацию меди в анализируемой пробе.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации меди 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-му и 3-му 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 Хлороформные экстракты тиооксината меди, а также прочие сливы хлороформа, следует собрать в отдельную склянку с этикеткой "Слив хлороформа" и регенерировать в соответствии с приложением А или утилизировать согласно установленным правилам.

6.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием, имеющие стаж работы в лаборатории не менее 6 месяцев 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 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 меди производится 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 фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в течение 20 мин в 1 % растворе соляной кислоты и в течение 10 мин в бидистиллированной воде. Первые порции фильтрата отбрасывают. Фильтрат подкисляют концентрированной азотной кислотой до pH<2 из расчета 2 $см^3$ на 1 $дм^3$ воды (если этого недостаточно, добавляют еще кислоты) и хранят в полиэтиленовой посуде не более месяца.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор 8,8'-дихинолилдисульфида, 2 %

Растворяют 2,0 г 8,8'-дихинолилдисульфида в 100 $см^3$ раствора соляной кислоты 1 моль/$дм^3$. Хранят в темной склянке не более 1 мес.

10.1.2 Раствор ацетата натрия, 30 %

Растворяют 150 г ацетата натрия в 350 $см^3$ бидистиллированной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде не более месяца.

10.1.3 Раствор аскорбиновой кислоты, 10 %

Растворяют 10 г аскорбиновой кислоты в 90 $см^3$ бидистиллированной воды. Раствор хранят в темной склянке в холодильнике не более недели.

10.1.4 Раствор соляной кислоты, 1 %

Смешивают 15 $см^3$ концентрированной соляной кислоты с 500 $см^3$ бидистиллированной воды. Используется для отмывки мембранных фильтров.

10.1.5 Раствор соляной кислоты, 1 моль/$дм^3$

Смешивают 42 $см^3$ концентрированной соляной кислоты с 460 $см^3$ бидистиллированной воды.

10.1.6 Раствор серной кислоты, 13 % (для эксикатора)

Приливают при перемешивании 14,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты к 170 $см^3$ дистилированной воды.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с содержанием меди 1,0 мг/$см^3$.

10.2.2 Для приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией меди 100,0 мкг/$см^3$ вскрывают ампулу ГСО и ее содержимое переносят в сухую чистую коническую пробирку. Отбирают 5,0 $см^3$ образца с помощью чистой сухой пипетки с одной отметкой, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 2 капли соляной кислоты. Доводят объем в колбе до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 3 месяцев.

10.2.3 Для приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией меди 2,00 мкг/$см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ при помощи пипетки вместимостью 2 $см^3$ приливают 2,0 $см^3$ раствора меди с концентрацией 100,0 мкг/$дм^3$ и 4-5 капель соляной кислоты. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 1 месяца.

10.2.4 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор меди, приготовленный из сульфата меди. Методика приготовления аттестованных растворов приведена в приложении Б.

10.3 Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений при объеме пробы 1000 $см^3$

Для приготовления градуировочных образцов в делительные воронки вместимостью 2 $дм^3$ помещают по 1,0 $дм^3$ бидистиллированной воды и последовательно вносят 0; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 5,00 $см^3$ градуировочного раствора с массовой концентрацией меди 2,00 мкг/$см^3$ (см. 10.2.3). Содержание меди в полученных растворах составит соответственно 0; 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00 мкг. Добавляют 30 $см^3$ раствора ацетата натрия, 5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 1 $см^3$ раствора 8,8'- дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают 30 мин. Затем приливают по 25 $см^3$ хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин.

После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку, доводят объём экстракта до 25 $см^3$ и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность экстрактов по отношению к хлороформу на фотометре с непрерывной разверткой спектра (спектрофотометре) при длине волны 455 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами – 440 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности растворов, содержащих медь.

Градуировочную зависимость рассчитывают методом наименьших квадратов в координатах: содержание ионов меди в пробе в мкг - оптическая плотность.

Градуировочную зависимость устанавливают при использовании новой партии 8,8'-дихинолилдисульфида, но не реже одного раза в год.

10.4 Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений при объеме пробы 100 $см^3$

В делительные воронки вместимостью 250 $см^3$ помещают по 100 $см^3$ бидистиллированной воды и последовательно вносят 0; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 $см^3$ градуировочного раствора с массовой концентрацией меди 2,00 мкг/$см^3$ (см. 10.2.3). Содержание меди в полу-

ченных растворах составит соответственно 0; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00 мкг. Добавляют 3 $см^3$ раствора ацетата натрия, 1 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 $см^3$ раствора 8,8'- дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают 30 мин. Затем приливают по 20 $см^3$ хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин.

После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку, доводят объём экстракта до 25 $см^3$ и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность экстрактов по отношению к хлороформу на фотометре с непрерывной разверткой спектра (спектрофотометре) при длине волны 455 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами – 440 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности растворов, содержащих медь.

Градуировочную зависимость рассчитывают методом наименьших квадратов в координатах: содержание ионов меди в пробе в мкг - оптическая плотность.

Градуировочную зависимость устанавливают при использовании новой партии 8,8'-дихинолилдисульфида, но не реже одного раза в год.

10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.5.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении новых растворов 8,8'- дихинолилдисульфида и ацетата натрия.

Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.4 (не менее 3). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении условий:

$$|X\text{-}C| \leq d, \qquad (2)$$

где X – результат контрольного измерения содержания меди в образце, мкг;

С – приписанное значение содержания меди в образце, мкг;

d – допустимое расхождение между измеренным и приписанным значением содержания меди в образце, мкг (таблица 2).

Если условие стабильности не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (2), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.5.2 При выполнении условия (2) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями содержания меди 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.

10.5.3 Допускается проводить контроль стабильности градуировочной характеристики для одного диапазона концентраций, если массовая концентрация меди в анализируемых пробах воды находится в его пределах.

Таблица 2 - Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания меди в образцах при контроле стабильности градуировочной характеристики

Приписанное значение содержания меди в образце С, мкг	Допустимое расхождение d, мкг	
	Объем пробы 1000 $см^3$	Объем пробы 100 $см^3$
1,00	0,14	-
2,00	0,18	0,20
3,00	0,26	0,30
6,00	0,34	0,40
8,00	0,42	0,50
10,00	0,50	0,60

11 Выполнение измерений

11.1 Выполнение измерений при объеме пробы 1000 см^3

11.1.1 Отбирают 1000 см^3 отфильтрованной анализируемой воды в коническую колбу вместимостью 2 дм^3, добавляют 2 см^3 концентрированной азотной кислоты, (если проба была законсервирована, азотную кислоту не добавляют), 4-5 см^3 пероксида водорода и кипятят 20 мин.

Пробу охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 2 дм^3. Прибавляют 0,3-0,5 г оксалата аммония, 30 см^3 раствора ацетата натрия и при необходимости доводят pH до 5-6, добавляя еще раствор ацетата натрия или соляную кислоту (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, 1 см^3 раствора 8,8'-дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Затем приливают 25 см^3 хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 см^3. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку или колбу, доводят объём экстракта до 25 см^3 и перемешивают.

Одновременно с серией анализируемых проб воды выполняют холостой опыт, используя такой же объем бидистиллированной воды.

Измеряют оптическую плотность холостого опыта и проб по отношению к хлороформу на фотометре (спектрофотометре) с непрерывной разверткой спектра при длине волны 455 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами – 440 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см. Если оптическая плотность холостого опыта превышает величину 0,06, повторяют холостой опыт с новой порцией бидистиллированной воды. Наименьшее значение оптической плотности холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

11.1.2 Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют измерения, используя 500 см^3 анализируемой воды, разбавленной до 1000 см^3 би-

дистиллированной водой требуемой чистоты (оценка по значению холостого опыта). Если вода была законсервирована, добавляют 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, в противном случае - 2 $см^3$ и далее выполняют измерения согласно 11.1.

Если и в этом случае измеренная оптическая плотность пробы выходит за пределы градуировочной зависимости, либо заранее известно, что концентрация меди в пробе превышает 20 $мкг/дм^3$, выполняют измерение согласно 11.2.

11.2 Выполнение измерений при объеме пробы 100 $см^3$

Отбирают 100 $см^3$ отфильтрованной анализируемой воды в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 0,2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, (если проба законсервирована, азотную кислоту не добавляют), 1 $см^3$ пероксида водорода и кипятят 20 мин.

Пробу охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$. Прибавляют 0,05-0,1 г оксалата аммония, 3 $см^3$ раствора ацетата натрия и при необходимости доводят pH до 5-6, добавляя еще раствор ацетата натрия или соляную кислоту (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 1 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 $см^3$ раствора 8,8'-дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Затем приливают 20 $см^3$ хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку или колбу, доводят объём экстракта до 25 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно с серией анализируемых проб выполняют холостой опыт, используя 100 $см^3$ бидистиллированной воды.

Измеряют оптическую плотность холостого опыта и проб по отношению к хлороформу на фотометре (спектрофотометре) с непрерывной разверткой спектра при длине волны 455 нм (на фотометре, снабженном светофильтрами – 440 нм) в кювете с толщиной слоя 5 см. Оптическую плотностью холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют измерения, взяв меньшую аликвоту анализируемой воды и разбавив ее до 100 $см^3$ бидистиллированной водой.

11.3 Устранение мешающих влияний

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют фильтрованием пробы. Возможное мешающее влияние органической матрицы пробы устраняют предварительным разрушением комплексов меди с органическими веществами кипячением пробы с пероксидом водорода в кислой среде.

12 Вычисление результатов измерений

Содержание меди в аликвоте пробы воды, взятой для анализа, находят по соответствующей градуировочной зависимости.

Массовую концентрацию меди X, $мкг/дм^3$, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где a - содержание меди в пробе воды, найденное по градуировочной зависимости, мкг;

V - объём аликвоты пробы, взятый для анализа, $см^3$.

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

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

где $\pm\Delta$ – границы характеристики погрешности результата измерения для данной массовой концентрации меди, $мкг/дм^3$ (таблица 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

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

где $\pm \Delta_л$ – границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мкг/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 погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности 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 процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

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

13.2.2 Результат контрольной процедуры $К_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = \left| X' - X - C \right|, \quad (6)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации меди в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

X – результат измерения массовой концентрации меди в рабочей пробе, мг/дм^3;

C – величина добавки, мг/дм^3.

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

$$К = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \quad (7)$$

где $\Delta_{лх'}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации меди в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$\Delta_{лх}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации меди в рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лх'}=0{,}84\cdot\Delta_{x'}$ и $\Delta_{лх}=0{,}84\cdot\Delta_{x}$.

13.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \leq K, \qquad (8)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (8) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (8), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. 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

$$R = 2{,}77\sigma_R . \qquad (9)$$

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
(рекомендуемое)

Очистка и регенерация хлороформа

Хлороформные экстракты и другие сливы хлороформа, образующиеся в процессе анализа, собирают в отдельную темную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды. Для регенерации слив хлороформа переносят в делительную воронку, добавляют соляную кислоту (1:1) из расчета 10 $см^3$ на 0,5 $дм^3$ хлороформа и встряхивают воронку 2 мин. После отстаивания и разделения слоев хлороформ сливают в другую делительную воронку и дважды промывают дистиллированной водой из расчета 20 $см^3$ воды на 0,5 $дм^3$ хлороформа. После разделения слоев хлороформ фильтруют через слой ваты или 2-3 бумажных фильтра "белая лента" в перегонную колбу.

Перегоняют хлороформ, отбирая фракцию, кипящую при температуре от 60,5 °С до 62 °С. Первую порцию отгона, кипящую ниже 60,5 °С, возвращают в слив, а остаток после отгонки отбрасывают. Повторяют перегонку еще раз, при этом первую порцию отгона и остаток после отгонки возвращают в слив.

Для выполнения измерений массовой концентрации меди в воде можно использовать также сливы хлороформа, образующиеся при определении нефтепродуктов. Регенерация этих сливов проводится согласно приведенной выше методике.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов меди АР1-Cu и АР2-Cu для установления градуировочных характеристик приборов и контроля погрешности измерений массовой концентрации меди фотометрическим методом

Б.1 Назначение и область применения

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

Б.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов меди

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора, мкг/дм^3	
	АР1-Cu	АР2-Cu
Аттестованное значение массовой концентрации меди, мкг/дм^3	100,0	2,000
Границы погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации меди (Р=0,95), мг/см^3	±1,0	±0,11

Б.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

Б.3.2 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 100 см^3 –1 шт., 500 см^3 –1 шт.

Б.3.3 Пипетки градуированные 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 2 $см^3$ – 1 шт., 5 $см^3$ –1 шт.

Б.3.4 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 $см^3$ –1 шт., 250 $см^3$ –1 шт.

Б.3.5 Стакан, В-1, ТХС по ГОСТ 25536-82 вместимостью 250 $см^3$.

Б.3.6 Палочка стеклянная.

Б.3.7 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82.

Б.3.8 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82 диаметром 56 мм.

Б.3.9 Чашка выпарительная № 2 по ГОСТ 9147-80 вместимостью 50 $см^3$.

Б.3.10 Эксикатор исполнения 2, диаметром 190 мм по ГОСТ 25336-82.

Б.3.11 Шпатель.

Б.3.12 Промывалка.

Б.3.13 Полиэтиленовая посуда для хранения аттестованных растворов.

Б.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

Б.4.1 Медь сернокислая 5-водная (сульфат меди) по ГОСТ 4165-78, х.ч.

Б.4.2 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

Б.4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Б.4.4. Вода бидистиллированная.

Б.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

Б.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-Cu

Небольшое количество сульфата меди (0,25-0,30 г) помещают в выпарительную чашку и выдерживают в эксикаторе над 13 %-ным раствором серной кислоты в течение суток. После этого взвешивают в бюксе 0,1965 г сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) с точностью до четвертого знака после запятой, количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в бидистиллированной воде, приливают 5 $см^3$ серной кислоты, доводят объём раство-

ра до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в полиэтиленовую посуду с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию меди 100,0 мкг/см^3.

Для приготовления 13 %-ного раствора серной кислоты мерным цилиндром вместимостью 250 см^3 отмеряют 170 см^3 дистиллированной воды и переносят в стакан вместимостью 250 см^3. Мерным цилиндром вместимостью 25 см^3 отмеряют 14,5 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно по стеклянной палочке приливают в стакан с дистиллированной водой. Раствор перемешивают стеклянной палочкой и охлаждают.

Б.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-Cu

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 градуированной пипеткой вместимостью 2 см^3 помещают 2,00 см^3 раствора АР1-Cu с массовой концентрацией меди 100,0 мкг/см^3, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в полиэтиленовую посуду с плотно закрывающейся пробкой.

Полученному раствору приписывают концентрацию меди 2,00 мкг/см^3.

Б.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

Б.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации меди C_1, мкг/см^3, в растворе АР1-Cu рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{10^6 \cdot m \cdot 63,5}{V \cdot 249,7}, \qquad (Б.1)$$

где m - масса навески сульфата меди, г;

V - вместимость мерной колбы, см^3;

63,5 - молярная масса меди, г/моль;

249,7 - молярная масса сульфата меди $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, г/моль.

Б.6.2 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Cu Δ_1, мкг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_\mu}{\mu})^2 + (\frac{\Delta_m}{m})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2}\ , \qquad (Б.2)$$

где μ - массовая доля основного вещества $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, приписанная реактиву квалификации "х.ч." , %;

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

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

V_1 - вместимость мерной колбы, см^3 ;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3 .

Предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Cu равен:

$$\Delta_1 = 100 \cdot \sqrt{(\frac{1,0}{100,0})^2 + (\frac{0,0002}{0,1965})^2 + (\frac{0,40}{500})^2} = 1,0 \text{ мкг/см}^3.$$

Б.6.3 Аттестованное значение массовой концентрации меди C_2, мкг/см^3, в растворе АР2-Cu рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_3}{V_2}\ , \qquad (Б.3)$$

где V_2 - вместимость мерной колбы, см^3;

V_3 - объем раствора АР1- Cu, отбираемый пипеткой, см^3.

Б.6.4 Расчет предела возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Cu Δ_2, мкг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_2}}{V_2})^2 + (\frac{\Delta_{V_3}}{V_3})^2} \quad , \qquad (Б.4)$$

где Δ_{V_2} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, $см^3$;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения объема V_3 от номинального значения, $см^3$.

Предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Cu равен:

$$\Delta_2 = 2{,}0 \cdot \sqrt{(\frac{1{,}0}{100})^2 + (\frac{0{,}2}{100})^2 + (\frac{0{,}02}{2})^2} = 0{,}29 \text{ мкг/см}^3.$$

Б.7 Требования безопасности

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

Б.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.

Б.9 Требования к маркировке

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

Б.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-Cu следует хранить при комнатной температуре в полиэтиленовой посуде не более 6 месяцев, аттестованный раствор АР2-Cu – не более месяца.

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
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 (МВИ) **№89.24-2008**

Методика выполнения измерений массовой концентрации меди в водах фотометрическим методом с 8,8'-дихинолилдисульфидом,

разработанная Государственным учреждением «Гидрохимический институт»

и регламентированная РД 52.24.435-2008. Массовая концентрация меди в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с 8,8'- дихинолилдисульфидом,

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ 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 измерений массовой концентрации меди, X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
Объем анализируемой пробы 1000 см^3				
От 1,0 до 20,0 включ.	0,1+0,02 X	0,1+0,04 X	0,1+0,06 X	0,2+0,12 X
Объем анализируемой пробы 100 см^3				
От 20 до 100 включ.	1+0,03 X	1+0,05 X	2+0,06 X	3+0,12 X

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

Диапазон измеряемых массовых концентраций меди, X, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, мкг/дм^3
Объем анализируемой пробы 1000 см^3		
От 1,0 до 20,0 включ.	0,3+0,05 X	0,3+0,11 X
Объем анализируемой пробы 100 см^3		
От 20 до 100 включ.	3+0,08 X	3+0,14 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 погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.435-2008.

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

Дата выдачи 5 августа 2008 г.



Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru