ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ
«Федеральный центр анализа и оценки
техногенного воздействия»



_____ В.В. Новиков

«24» марта 2017 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА (МЕТОД) ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИРОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОНЦЕНТРАТОМЕРОВ СЕРИИ КН

ПНД Ф 14.1:2.189-02

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: sep@sibecopribor.ru
Сайт: www.sibecopribor.ru (сибэкоприбор.рф)

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

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика **преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.**

Содержание

1 Назначение и область применения 4
2 Нормативные ссылки 4
3 Приписанные характеристики показателей точности измерений 6
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы 7
5 Метод измерений 9
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 19
11 Обработка результатов измерений 22
12 Оформление результатов измерений 24
13 Процедуры обеспечения достоверности измерений 25
Библиография 28

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику (метод) измерений массовой концентрации жиров в пробах природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН.

Диапазон измерений от 0,1 до 100 мг/дм^3.

Определению жиров не мешает присутствие в анализируемой пробе воды нефтепродуктов с концентрацией до 20 мг/дм^3.

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 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 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 жиров в пробах 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,%
От 0,1 до 0,5 включ.	16	33
Св. 0,5 до 5,0 включ.	15	30
Св. 5 до 100 включ.	9	18

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 жиров 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 жиров 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 жиров 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 жиров 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 1-2-1-1, 1-2-1-5, 1-2-1-10, 1-2-1-25 по ГОСТ 29227

Колбы мерные 2-50-2 по ГОСТ 1770

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

4.2 Стандартные образцы

При выполнении измерений используют:

- 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 по [4]

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

Колба коническая плоскодонная Кн-1-50-14/23 ТС ГОСТ 25336

Стакан В-1-50 ТХС по ГОСТ 25336

Стакан для взвешивания СВ-14/8 или бюкс высокий по ГОСТ 25336

Экстрактор лабораторный ЭЛ-1 ИШВЖ.002 ПС

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

Воронка В-36-80 по ГОСТ 25336

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

Штатив для хроматографических колонок

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

Стеклянные бутыли для отбора и хранения проб

Шпатель

4.4 Реактивы и материалы

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

Оксид алюминия для хроматографии по [6] или по ГОСТ 8136

Натрий сернокислый, ч. по ГОСТ 4166

Натрий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ 4233

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

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556

Бумага индикаторная универсальная для определения pH по [7]

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 (нефтепродуктов и жиров) основан на измерении зависимости интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра (2930 ± 70) $см^{-1}$ от массовой концентрации нефтепродуктов и жиров в растворе четырёххлористого углерода.

Процедура анализа заключается в извлечении нефтепродуктов и жиров 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 нефтепродуктов.

По разности результатов этих определений находят суммарную концентрацию жиров 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 допускают специалиста с квалификацией инженера-химика или техника-химика, имеющего опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и получившего 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, контроль стабильности градуировочной характеристики и подготовка концентратометра.

9.1 Отбор проб

9.1.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 31861.

Пробы воды отбирают в стеклянные бутыли. Ёмкость перед отбором проб должна быть промыта веществом для экстракции.

Отобранные пробы не фильтруют.

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

Таблица 2 – Объём проб воды в зависимости от предполагаемой массовой концентрации жиров в воде

Предполагаемая массовая концентрация жиров, мг/дм^3	Объём пробы, дм^3
От 0,1 до 1,0 включ.	1,00 ± 0,10
Св. 1 до 5 включ.	0,50 ± 0,05
Св. 5 до 10 включ.	0,25 ± 0,03
Св. 10 до 100 включ.	0,10 ± 0,01

9.1.2 Экстракцию жиров 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 по утверждённой форме, в котором указывают:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, 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 жиров 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 жиров.

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 экстрагируемых веществ в соответствии с 10.3.

Если измеренное значение массовой концентрации экстрагируемых веществ 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 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 на воздухе 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 прокалённого оксида алюминия в плотно закрытой таре составляет 1 месяц.

Перед использованием необходимое количество прокалённого 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 безводный сульфат натрия высушивают при температуре (105 – 110) °С в течение 8 часов в сушильном шкафу, охлаждают и хранят в эксикаторе. Срок хранения составляет 1 месяц.

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 хранят в колбе с притёртой пробкой. Срок хранения составляет 1 месяц.

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 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 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 экстрагируемых веществ в элюате в соответствии с 10.3.

Если измеренное значение массовой концентрации экстрагируемых веществ 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 [3)].

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.

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

Если таким образом не удается достичь нужной степени очистки четырёххлористого углерода, то он не пригоден для дальнейшего использования.

9.2.11 Подготовка очищенной дистиллированной воды

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

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Приготовление основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) массовой концентрации 1000 мг/$дм^3$

50 мг ГСО 9437-2009 [4)] состава смеси триглицеридов жирных кислот помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в

[3)] Сливы четырёххлористого углерода, содержащие ГСО состава смеси триглицеридов жирных кислот (жиры) перегонке не подлежат!

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

четырёххлористом углероде и доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом, перемешивают.

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

Основной раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С в течение 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 смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) используют в качестве добавки при контроле качества результатов измерений.

9.3.2 Приготовление рабочего раствора смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) массовой концентрации 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 основного раствора и доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом, перемешивают.

Массовая концентрация смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) в полученном растворе составляет 100 мг/дм^3.

Раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 3 месяцев. 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 смеси триглицеридов жирных кислот (жиров)

Градуировочные растворы смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) в четырёххлористом углероде готовят непосредственно перед использованием путём разбавления рабочего раствора.

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

Массовая концентрация смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) полученных растворах составляет 5, 10, 50 мг/дм^3 соответственно.

Относительная погрешность приготовления растворов не превышает 1,5 %.

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

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 смеси триглицеридов жирных кислот (жиров) массовой концентрации 100 мг/дм^3, приготовленный из этого же четырёххлористого углерода.

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 жиров в одном или нескольких растворах (9.3.3) в режиме «ЖИРЫ».

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

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

$$| X_i - C | \le \Delta_{CИ}, \qquad (1)$$

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

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

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

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

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 растворов, 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 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 его 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 во всей толще 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 коническую колбу с притёртой пробкой.

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 нефтепродуктов и жиров

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

Если массовая концентрация нефтепродуктов и жиров в анализируемом экстракте № 1 превышает верхнюю границу диапазона измерений прибора, то экстракт № 1 разбавляют четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2, и получают экстракт № 1А.

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

Экстракт № 1А заливают в кювету, которую предварительно ополаскивают этим раствором. Устанавливают кювету в прибор и производят измерение в соответствии с 10.3.

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

10.2.3 Подготовка экстракта для определения массовой концентрации нефтепродуктов

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

Если для измерения суммарной массовой концентрации нефтепродуктов и жиров 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 нефтепродуктов 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 массовой концентрации жиров в холостой пробе

10.4.1 Перед проведением анализа серии проб определяют массовую концентрацию жиров в холостой пробе. Для этого берут 1,0 дм^3 очищенной по 9.2.10 дистиллированной воды и обрабатывают её, как описано в 10.1 – 10.2. Измеряют массовую концентрацию экстрагируемых веществ в растворе в соответствии с 10.3.

10.4.2 Если измеренное значение массовой концентрации экстрагируемых веществ в анализируемом растворе будет отрицательным, 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.

10.4.3 Если значение массовой концентрации жиров в холостой пробе превышает 0,02 мг/дм^3, то выполняют определение повторно и, в случае необходимости, выявляют и устраняют причину загрязнения холостой пробы.

Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчёте массовой концентрации жиров 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 измерений массовой концентрации экстрагированных веществ нефтепродуктов и жиров на концентратомере, мг/дм^3;

$V_{ЭК}$ – объём четыреххлористого 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 разбавлении по 10.2);

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

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

Результат измерений – массовую концентрацию 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 (НП) 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 четыреххлористого 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 его разбавлении по 10.2);

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

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

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

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

11.3 Результат измерений – массовую концентрацию жиров (Ж), $X_{(Ж)}$, 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 жиров 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 жиров, 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 жиров, полученный в соответствии с процедурами 10.1 – 10.3, мг/дм^3;

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

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

где δ – относительная погрешность измерений массовой концентрации жиров, %. 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 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 жиров в образцах для контроля (ОК), приготовленных на основе стандартных образцов состава смеси триглицеридов жирных кислот (жиров).

В качестве ОК используют ГСО 10212-2013 массовой концентрации жиров в водорастворимой матрице (СО ЖВМ-ПА (2)). Так же можно использовать ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот (аттестованные смеси, приготовленные из основного раствора жиров массовой концентрации 1000 мг/дм^3 по 9.3.1), аттестованные по процедуре приготовления по РМГ 60.

Контрольными образцами являются образцы, полученные путём внесения ГСО 10212-2013 или аттестованных смесей, приготовленных из 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 жиров, полученные в условиях воспроизводимости, мг/дм^3;

R – предел воспроизводимости, %. Относительные значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

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.

Таблица 4 – 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*, %
От 0,1 до 0,5 включ.	45
Св. 0,5 до 5,0 включ.	42
Св. 5 до 100 включ.	25

13.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля (ОК)

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 ($К_К$);
- расчет 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 10212-2013 массовой концентрации жиров в водорастворимой матрице (СО ЖВМ-ПА (2)).

Так же можно использовать ГСО 9437-2009 состава смеси триглицеридов жирных кислот (аттестованные смеси, приготовленные из основного раствора жиров массовой концентрации 1000 мг/дм^3 9.3.1), аттестованные по процедуре приготовления по РМГ 60.

Контрольными образцами являются образцы, полученные путём внесения ГСО 10212-2013 или аттестованных смесей, приготовленных из 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 $К_К$ рассчитывают по формуле

$$К_К = | X - C |, \text{ мг/дм}^3, \quad (14)$$

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 – значение характеристики погрешности результатов измерений, соответствующее аттестованному значению образца для контроля, мг/дм^3. Значение характеристики погрешности рассчитывают по формуле

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

где δ – относительная погрешность измерений массовой концентрации жиров, %.

Значения δ приведены в таблице 1.

13.2.5 Реализация решающего правила контроля

$$К_К \leq К \quad (17)$$

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, жиры, 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 жиров в пробах природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН	МУ 08-47/392	«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

http://tpu.ru
e-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ
№ 08–47/392.01.00143-2013.2017

Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации жиров в пробах 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 08–47/392 Количественный химический анализ вод. Методика (метод) измерений массовой концентрации жиров в пробах природных и очищенных сточных вод методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратомеров серии КН, 2017 г, 29 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 жиров в пробах 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,%
От 0,1 до 0,5 включ.	16	33
Св. 0,5 до 5,0 включ.	15	30
Св. 5 до 100 включ.	9	18

[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*, %
От 0,1 до 0,5 включ.	45
Св. 0,5 до 5,0 включ.	42
Св. 5 до 100 включ.	25

gost.e-ecolog.ru