ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А. А. Соловьянов
"21" марта 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2.100-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них величины химического потребления кислорода (ХПК) при содержании органических веществ, эквивалентном потреблению молекулярного кислорода в диапазоне от 4,0 до 80,0 мг/дм^3 титриметрическим методом без концентрирования пробы.

При величине ХПК>50 мг/дм^3 определение следует проводить при соответствующем разбавлении пробы дистиллированной водой.

Определению мешают хлориды, сульфиды, соединения железа(II), нитриты и другие неорганические вещества, способные окисляться бихроматом в кислой среде.

Мешающие влияния устраняют в соответствии с п. 10.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Титриметрический метод определения ХПК основан на окислении органических веществ избытком бихромата калия в растворе серной кислоты при нагревании в присутствии катализатора - сульфата серебра. Остаток бихромата калия находят титрованием раствором соли Мора и по разности определяют количество $K_2Cr_2O_7$, израсходованное на окисление органических веществ.

3. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений величины ХПК, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от 4.0 до 10.0 вкл	30	10	15
св 10.0 до 80.0 вкл.	24	8	12

Значения показателя точности методики используют при:

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

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
СО с аттестованным содержанием ХПК с погрешностью не более 1 % при P = 0,95	
Колбы мерные, наливные	ГОСТ 1770
2-500-2	
Пипетки градуированные	ГОСТ 29227
1(3)-1-2-1	
1(3)-1-2-2	
Пипетки с одной меткой	ГОСТ 29169
2-2-5	
2-2-10	
2-2-20	
2-2-50	
Бюретка	ГОСТ 29251
1-3-2-25-0,1	
Цилиндры мерные или мензурки	ГОСТ 1770
1(3)-25	
1(3)-50	
1(3)-100	
1(3)-250	
1(3)-1000	

4.2. Вспомогательные устройства

Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева	ГОСТ 14919
Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130°С	
Бани песчаные	
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-14/18	ГОСТ 25336
Стаканы химические В-1-500 ХС В-1-1000 ТХС	ГОСТ 25336
Колбы конические Кн-2-500-34 ТС	ГОСТ 25336
Капельница 2-50 ХС	ГОСТ 25336
Эксикатор	ГОСТ 9147
Капилляры стеклянные	
Установки для определения ХПК в составе:	
Колба К-1-250-29/32 ТС или колба Гр-250-29/32	ГОСТ 25336
Обратный холодильник ХПТ-2-400-29/32 ХС	ГОСТ 25336
Воронка В-56-80 ХС	ГОСТ 25336
Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47	ТУ-3616-001-32953279-97

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерений и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.п. 4.1 и 4.2.

4.3. Реактивы и материалы

Бихромат калия (калий двухромовокислый)	ГОСТ 4220
Соль Мора $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$	ГОСТ 4208
Сульфат серебра	ТУ 6-09-3703
Сульфат ртути(II)	ГОСТ 5588
Гидроксид натрия	ГОСТ 4328
Серная кислота	ГОСТ 4204
N-фенилантраниловая кислота или	ТУ 6-09-3703
Ферроин $(C_{12}H_8N_2)_3 \cdot FeSO_4$ или	ТУ 6-09-1256
1,10-фенантролин моногидрат $(C_{12}H_8N_2)_3 \cdot H_2O$ или	ТУ 6-09-05-90
1,10-фенантролин сульфат $(C_{12}H_8N_2)_3 \cdot H_2SO_4$	ТУ 6-09-05-90
Бумага индикаторная универсальная	ТУ 6-09-1181

Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм)	ТУ6-55-221-1029-89
или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже ч.д.а.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

5.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой титриметрического метода анализа.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±6)°С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- частота переменного тока (50±1) Гц;
- напряжение в сети (220±22) В.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1. Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

8.2. Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, моют хромовой смесью, затем тщательно (не менее 10 раз) промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой.

8.3. Пробы воды отбирают в стеклянную посуду с пробками, не загрязняющими пробу органическими соединениями.

В зависимости от целей анализа определение ХПК можно проводить в нефильтрованной или фильтрованной пробе В последнем случае пробу предварительно фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный двухкратным кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров «синяя лента», промытых дистиллированной водой. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

8.4. Определение ХПК, особенно в загрязненных водах, следует проводить как можно скорее после отбора пробы. Допускается хранение пробы при температуре не выше 4°С не более суток при консервации добавлением раствора серной кислоты (1:2) из расчета 2 $см^3$ на каждые 100 $см^3$ пробы воды.

8.5. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

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

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Приготовление растворов и реактивов

9.1.1. Раствор бихромата калия с концентрацией 0,25 моль/$дм^3$ эквивалента.

6,129 г бихромата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105°С, количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой темной склянке в течение 6 мес.

9.1.2. Раствор бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/$дм^3$ эквивалента.

50 $см^3$ раствора бихромата калия с концентрацией 0, 25 моль/$дм^3$ эквивалента помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте не более 6 мес.

9.1.3. Раствор соли Мора с концентрацией 0,25 моль/дм^3 эквивалента.

49,0 г соли Мора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в дистиллированной воде, осторожно добавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты и после охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 6 мес.

9.1.4. Раствор соли Мора с концентрацией 0,025 моль/дм^3 эквивалента.

50 см^3 раствора соли Мора с концентрацией 0,25 моль/дм^3 эквивалента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 3 мес.

Точную концентрацию раствора устанавливают ежедневно или перед серией определений в соответствии с п. 10.2.

9.1.5. Раствор индикатора.

В качестве индикатора используют раствор N-фенилантраниловой кислоты или ферроина (комплекс сульфата железа(II) с 1,10-фенантролином).

Для приготовления раствора N-фенилантраниловой кислоты 0,25 г реактива растворяют в 12 см^3 раствора гидрооксида натрия (для ускорения процесса раствор можно слегка подогреть) и разбавляют дистиллированной водой до 250 см^3.

Для приготовления раствора ферроина 2,43 г индикатора растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

При приготовлении раствора ферроина на основе 1,10-фенантролина растворяют 0,980 г соли Мора $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ в 100 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2,085 г 1,10-фенантролина моногидрата или 2,93 г сульфата и перемешивают до растворения последнего.

Раствор индикатора хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 3 мес.

9.1.6. Раствор гидроксида натрия, 0,4 %.

0,4 г NaOH растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 2 мес.

9.1.7. Раствор сульфата серебра.

5,0 г Ag_2SO_4 растворяют в 1 дм^3 концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив в склянке из темного стекла в течение 6 мес.

9.2. Установление точной концентрации раствора соли Мора

Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм^3 эквивалента (п. 9.1.2), переносят в

коническую колбу, добавляют 180 см^3 дистиллированной воды и 20 см^3 концентрированной серной кислоты После охлаждения добавляют в пробу 3-4 капли индикатора ферроина или 10 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора с концентрацией 0,025 моль/дм^3 эквивалента (п. 9.1 4) до перехода окраски из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Титрование повторяют и при отсутствии расхождения в объемах титранта более 0,05 см^3 за результат принимают среднее значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см^3..

Точную концентрацию раствора соли Мора находят по формуле:

$$C_м = \frac{C_б \cdot V_б}{V_м},$$

где $C_м$ - концентрация раствора соли Мора, моль/дм^3 эквивалента;
$C_б$ - концентрация раствора бихромата калия, моль/дм^3 эквивалента;
$V_б$ - объем раствора бихромата калия, взятый для титрования, см^3;
$V_м$ - объем раствора соли Мора, пошедший на титрование см^3.

10. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающее влияние хлоридов при концентрациях менее 300 мг/дм^3 устраняется за счет присутствия в пробе катализатора (сульфата серебра). При больших содержаниях хлоридов к пробе добавляют сульфат ртути(II) из расчета 100 мг на 10 мг хлоридов.

Мешающее влияние сульфидов и соединений железа(II) устраняют предварительной продувкой пробы воды воздухом, если она не содержит летучих органических соединений, или учитывают при расчете ХПК. В последнем случае определяют их концентрации и пересчитывают на величины ХПК, исходя из того, что 1 мг H_2S и 1 мг Fe^{2+} эквивалентны соответственно 0,47 и 0,14 мг O_2. Таким же образом учитывают влияние нитритов (1 мг NO_2 эквивалентен 0,35 мг O_2).

11. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Выполнение измерений в водах с низкой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в пробе анализируемой воды составляет менее 300 мг/дм^3, в колбу со шлифом установки для определения ХПК вносят с помощью пипетки 20 см^3 воды (или аликвоту, доведенную

дистиллированной водой до 20 см^3), добавляют 10,0 см^3 раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм^3 эквивалента (п. 9.1.2) и 30 см^3 раствора сульфата серебра в концентрированной серной кислоте. Для равномерного кипения в колбу бросают 2-3 капилляра, присоединяют к ней обратный холодильник и кипятят содержимое на песчаной бане в течение 2 ч.

После охлаждения установки промывают холодильник дистиллированной водой (около 50 см^3), отсоединяют его, добавляют в колбу, обмывая ее стенки, еще 50 см^3 дистиллированной воды, вновь охлаждают, переносят пробу в коническую колбу, дважды споласкивая колбу, где кипятилась проба, дистиллированной водой (по 20-30 см^3). Добавляют 3-4 капли раствора ферроина (или 10 капель раствора фенилантраниловой кислоты) и титруют избыток непрореагировавшего бихромата калия раствором соли Мора (п. 9.1.4) до перехода окраски индикатора из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Аналогичным образом проводят холостой опыт с 20 см^3 дистиллированной воды.

11.2. Выполнение измерений в водах с высокой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в воде превышает 300 мг/дм^3, к отобранной для анализа пробе (20 см^3 или меньшей аликвоте, доведенной до 20 см^3 дистиллированной водой) добавляют сульфат ртути из расчета 100 мг на каждые 10 мг содержащихся в пробе хлоридов и тщательно перемешивают. Далее выполняют определение, как описано в п. 11.1. Наличие небольшого количества осадка, образовавшегося после добавления сульфата ртути, не мешает определению.

12. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Величину ХПК (бихроматной окисляемости) анализируемой пробы воды X находят по формуле:

$$X = \frac{8{,}0 \cdot (V_{мх} - V_{м}) \cdot C_{м} \cdot 1000}{V},$$

где $V_{мх}$ - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в холостом опыте, см^3;

$V_{м}$ - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в пробы воды, см^3;

$C_м$ - концентрация раствора соли Мора, моль/дм^3 эквивалента;
V - объем пробы воды, взятый для определения, см^3;
8,0 – масса миллиграмм-эквивалента кислорода, мг.

Если величина ХПК в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (80 мг/дм^3), разбавляют пробу с таким расчетом, чтобы величина ХПК входила в регламентированный диапазон, и выполняют определение в соответствии с п. 11.2.

В этом случае величину ХПК в анализируемой пробе воды X находят по формуле:

$$X = X_V \frac{V_V}{v},$$

где X_V - величина ХПК в разбавленной пробе воды, мг/дм^3;
V_V - объем пробы воды после разбавления, см^3;
v - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см^3;

12.2. Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений величины ХПК, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 4.0 до 10.0 вкл.	42
св. 10.0 до 80.0 вкл.	34

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$X \pm \Delta$, мкг/дм^3, P=0.95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0.01 \cdot \delta \cdot X$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Если проводилось разбавление пробы воды из-за превышения величины ХПК верхней границы диапазона, значение δ выбирают из таблицы 1 для величины ХПК в разбавленной пробе воды X_Y.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X \pm \Delta_л, \text{ мкг/дм}^3, P=0.95,$$

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где X – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

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

14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

14.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X' - X - C_д |,$$

где X' - результат анализа величины ХПК в пробе с известной добавкой;

X - результат анализа величины ХПК в исходной пробе,

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X'}^2 + \Delta_{л,X}^2},$$

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие величине ХПК в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (1)$$

При невыполнении условия (1) контрольную процедуру повторяют При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14.2. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X_к - C |$$

где $X_к$ - результат анализа величины ХПК в образце для контроля,

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY»- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, лаб. 224	Факс: (3432) 502-117 Телефон: (3432) 502-295 E-mail: gost.e-ecolog.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, ussia	Fax: (3432) 502-117 Phone: (3432) 502-295 E-mail:gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.134 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *химического потребления кислорода в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом,*
разработанная *ООО НПП «Аквастест» (г. Ростов-на-Дону),*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.
Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*
В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1.Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 4 до 10 вкл.	10	15	30
св. 10 до 80 вкл.	8	12	24

2.Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 4 до 10 вкл.	42
св. 10 до 80 вкл.	34

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.
Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 01.06.2004 г.
Срок действия до 01.06.2009 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

2218

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.02.102/2008

Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в пробах
(наименование измеряемой величины; объекта)
природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом,
(и метода измерений)
разработанная ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),
(наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ)
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов
(вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ,
по разработке методики выполнения измерений
(теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ)

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией Терентьев

Дата выдачи: 27.10.2008 г.

Срок действия:

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская,4
тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: gost.e-ecolog.ru

METRON

Приложение к свидетельству № 223.1.01.02.102/2008
об аттестации методики выполнения измерений
химического потребления кислорода
в пробах природных и очищенных сточных вод
титриметрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 4 до 10 включ.	10	15	30
св. 10 до 80 включ.	8	12	24

2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 4 до 10 включ.	42
св. 10 до 80 включ.	34

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений;

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ» Кочергина О.В. Кочергина

gost.e-ecolog.ru

* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k =2