ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ
И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ
(РОСГИДРОМЕТ)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД
52.24.476-
2007

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ИК-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ростов-на-Дону
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ГУ «Гидрохимический институт»

2 РАЗРАБОТЧИКИ А.Г.Страдомская, д-р х.н., Л.В.Боева, к.х.н, И.А.Рязанцева

3 СОГЛАСОВАН с Начальником УМЗА и ГУ «НПО «Тайфун» Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 26.01.2007 г.

5 АТТЕСТОВАН ГУ «Гидрохимический институт», свидетельство об аттестации № 131.24-2006 от 01.08.2006 г.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.476-2007 от 14.02 2007 г.

7 ВЗАМЕН РД 52.24.476-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в водах ИК-фотометрическим методом»

Введение

Нефтепродукты относятся к числу наиболее распространенных в глобальном масштабе опасных веществ, вызывающих тяжелые экологические последствия при загрязнении ими водных объектов.

Основными источниками поступления нефтепродуктов в водные объекты являются сточные воды предприятий нефтеперерабатывающей, нефтедобывающей, химической, металлургической и других отраслей промышленности; нефтепродукты часто попадают в воду в результате аварий при перевозке их водным путем и в результате интенсивного судоходства, а также с хозяйтвенно-бытовыми сточными водами.

В водных объектах нефтепродукты представляют собой чрезвычайно сложную, непостоянную и разнообразную смесь веществ, основными группами которой являются углеводороды, обычно составляющие преобладающую часть нефтепродуктов (70 % - 90 %), смолы (1 %-30 %) и асфальтены (0 %-8 %). В незначительных количествах (0,001 % -5 %) в них присутствуют также другие специфические классы веществ. Эти группы веществ обладают разными устойчивостью, опасностью для экосистемы и физико-химическими свойствами, определяющими особенности их поведения в водном объекте. Содержание нефтепродуктов в природных водах колеблется в широких пределах - от отсутствия до 1-2 мг/дм^3 и более в загрязненных водах.

Рутинный контроль нефтяного загрязнения, особенно свежего, обычно осуществляется по преобладающей углеводородной фракции. Основную долю углеводородной фракции углеводородной фракции составляют, как правило, парафины, изопарафины, нафтены и ароматические углеводороды, содержащие алифатические радикалы. Наиболее универсальным методом их определения, а для суммы низкомолекулярных углеводородов – практически единственным, является ИК-фотометрия после отделения других органических компонентов вод на колонке, с оксидом алюминия, который и положен в основу настоящей методики.

Многие компоненты нефти и нефтепродуктов обладают высокой токсичностью, а также проявляют мутагенные и канцерогенные свойства, что губительно сказываются на условиях обитания всего гидробиологического сообщества. Этим обусловлены довольно жесткие требования к содержанию их в природных водах.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения предельно допустимая концентрация (ПДК) нефти и нефтепродуктов в растворенном и эмульгированном состоянии составляет 0,05 мг/дм ^{3}.

Для водных объектов рыбохозяйственного назначения ПДК нефти и нефтепродуктов в растворенном и эмульгированном состоянии составляет 0,05 мг/дм ^{3}. Для водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения установлены ПДК на нефть многосернистую 0,1 мг/дм ^{3}, прочие нефти - 0,3 мг/дм ^{3}.

При определении нефтяных углеводородов в незагрязненных природных водах следует иметь в виду возможность включения в их состав биогенных углеводородов, образующихся в процессе прижизненного и посмертного выделения из растительных и животных водных организмов.

РД 52.24.476-2007

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ИК-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения - 2007-02-20

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентраций нефтепродуктов в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,04 до 2,00 мг/дм^3 ИК-фотометрическим методом. Допускается анализ проб воды с массовой концентрацией нефтепродуктов превышающей 2,00 мг/дм^3 при соответствующем разбавлении элюата или отбора уменьшенной аликвоты пробы.

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

2Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

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

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

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

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

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

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

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

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

3 Приписанные характеристики погрешности измерений

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

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,04 до 2,00 включ.	0,01 + 0,05 X	0,01 + 0,08 X	0,09 X	0,01+0,19 X

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией нефтепродуктов свыше 2,0 мг/дм^3 погрешность измерения не превышает величины, рассчитанной по зависимости, приведенной в таблице 1.

Предел обнаружения нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом при объеме анализируемой пробы не менее 0,8 дм^3 составит 0,02 мг/дм^3.

Значения показателя точности методики используют при:

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

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

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

4.1.1 ИК-спектрофотометр или ИК-фотометр, обеспечивающий измерения при длине волны 3,42 мкм в кюветах с толщиной поглощающего слоя не менее 40 мм (спектрофотометр ИК-40 или фотометр, входящий в комплект анализаторов АН-1, АН-2, КН-2 и др.).

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

4.1.3 Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде ГСО 7424-97 (далее – ГСО).

4.1.4 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

25 см^3 - 7 шт.
50 см^3 - 4 шт.
100 см^3 - 1 шт.

4 1.5 Пробирки градуированные исполнения 2, ХС, по ГОСТ 1770-74 с притертой пробкой вместимостью: 5-10 $см^3$ - 1 шт.
25 $см^3$ - 10 шт.

4.1.6 Пробирки градуированные конические (исполнения 1) по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 $см^3$ - 6 шт.

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

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

4.1.9 Цилиндры мерные исполнения 1,2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 25 $см^3$ - 1 шт.
50 $см^3$ - 1 шт.
1000 $см^3$ - 1 шт.

4 1 10 Колбы типа Кн исполнения 1, со взаимозаменяемым конусами 14/23, 29/32, ТХС, с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 50 $см^3$ - 10 шт.
250 $см^3$ - 1 шт.

4.1.11 Установка из стекла для перегонки растворителей (круглодонная колба типа К-1 взаимозаменяемым конусом 29/32, ТС, вместимостью 1 $дм^3$, елочный дефлегматор длиной не менее 350 мм со взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32 , насадка Н1 с взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ - 1, аллонж АИ -14/23) по ГОСТ 25336-82, термометр лабораторный по ГОСТ 129224-91 с диапазоном измеряемых температур от 0 ^{0}С до 100 ^{0}С.

4.1.12 Воронки делительные ВД исполнения 1,3 ХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 1 $дм^3$ - 4 шт.

4.1.13 Колонки хроматографические с внутренним диаметром 10 мм и длиной 250 мм - 4 шт.

4.1.14 Воронка лабораторная тип В по ГОСТ 25336-82 диаметр 25-36 мм - 4 шт

4.1.15 Стакан, тип В исполнение 1 , ТС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 $см^3$.

4.1.16 Стакан, тип Н исполнение 2 , ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 $см^3$

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

4.1.18 Стеклянная палочка длиной 12-15 см .

4.1.19 Чашка выпарительная № 3 по ГОСТ 9147-80 вместимостью 100 - 150 $см^3$.

4.1.20 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 250 мм по ГОСТ 25336-82.

4.1.21 Флаконы стеклянные с притертыми пробками для хранения растворов и экстрактов вместимостью 50 $см^3$ и 100 $см^3$.

4.1.22 Посуда стеклянная с притертыми стеклянными (или корковыми или полиэтиленовыми пробками, обернутыми алюминиевой фольгой и двойным слоем тонкой тефлоновой пленки) для хранения проб вместимостью 1 $дм^3$.

4.1.23 Склянки темного стекла для хранения растворителей вместимостью 1 $дм^3$.

4.1.24 Склянка толстостенная с притертой пробкой для хранения хромовой смеси

4.1.24 Сито с диаметром отверстий 0,1 мм.

4.1.25 Шпатель металлический.

4.1.26 Штатив для пробирок.

4.1.27 Штатив для делительных воронок.

4.1.28 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.29 Печь муфельная по ТУ 79 РСФСР 337-82.

4.1.30 Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.

4.1.31 Холодильник бытовой.

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

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 н-Гексадекан по ТУ 6-09-3659-74, ч.; изооктан для хроматографии по ТУ 6-09-921-76, х.ч.; бензол по ТУ 6-09-779-76, х.ч. (при отсутствии ГСО)

4.2.2 Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288-74, х.ч., или ТУ 6-09-3219-84, ос.ч.

4.2.5 Натрий сернокислый, безводный (натрия сульфат) по ГОСТ 4166-76, ч.

4.2.6 Алюминий оксид по ТУ 6-09-426-75, ч.д.а.

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

4.2.8 Стеклоткань или стекловата по ГОСТ 10146-74.

4.2.9 Калий двухромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220-75, х.ч.

4.2.10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом основано на выделении нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографическом отделении углеводородов от соединений других классов в колонке с оксидом алюминия и количественном их определении по интенсивности поглощения С-Н связей метиленовых ($-CH_2-$) и метильных ($-CH_3$) групп в инфракрасной области спектра (λ=2930 $см^{-1}$ или 3,42 мкм). Учет входящих в состав нефтепродуктов ароматических углеводородов, не поглощающих в этой области, осуществляется с помощью специального искусственного стандарта, содержащего 25 % бензола.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов 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 к 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

6.4. *Выполнение измерений следует проводить при наличии* вытяжной вентиляции.

6.5 Сливы растворителя (четыреххлористого углерода), а также неиспользованные растворы нефтепродуктов запрещается выливать в канализацию. Их собирают в специальную тару и утилизируют в соответствии с действующими правилами.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим профессиональным образованием или со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее 2 лет, освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±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 производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592.

При отборе должен быть исключен захват поверхностной пленки воды. Пробы помещают в стеклянную посуду, которая закрывается притертыми стеклянными, либо корковыми или полиэтиленовыми (не резиновыми!) пробками, обернутыми алюминиевой фольгой и двойным слоем тонкой тефлоновой пленки. Пробу для определения нефтяных компонентов помещают в отдельную посуду и используют целиком Объем отбираемой пробы зависит от концентрации нефтепродуктов в воде и должен составлять не менее 0,5 $дм^3$ для проб очищенных сточных вод и от 0,8 до 1 $дм^3$ для проб природных вод. При отборе заведомо загрязненных проб природных вод допускается отбор пробы объемом 0,5 $дм^3$.

Экстракция пробы должна быть выполнена в течение 1 сут после отбора, Если это невозможно, пробы консервируют, добавляя 5 $см^3$ четыреххлористого углерода на 1 $дм^3$ воды. Хранят законсервированные пробы в холодильнике не более двух недель, экстракты в плотно закрытой посуде – до 1 мес.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Оксид алюминия

Оксид алюминия просеивают через сито с размером отверстий 0,1 мм, используют фракцию пропущенную через сито. Перед употреблением оксид алюминия прокаливают при температуре 600 °С в течение 4 ч. Хранят в эксикаторе в колбе с притертой пробкой 1 мес.

10 1.2. Углерод четыреххлористый

Проверяют чистоту каждой партии четыреххлористого углерода, выполняя измерение концентрации соединений, поглощающих в ИК-области (см. 11.4), используя для сравнения очищенный четыреххлористый углерод.

Если концентрация этих соединений превышает 0,002 мг/см^3 выполняют очистку четыреххлористого углерода следующим образом.

В делительную воронку вместимостью 1 дм^3 помещают 0,4 дм^3 четыреххлористого углерода, добавляют 0,5 дм^3 дистиллированной воды и встряхивают в течение 3 мин. Слой четыреххлористого углерода сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды. К промытому четыреххлористому углероду добавляют около 10 г безводного сульфата натрия, встряхивают и оставляют на 10 мин. Обезвоженный четыреххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют, отбирая фракцию с температурой кипения 76,7-76,8° С. Хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой до повышения значения холостого опыта.

10.1.3 Натрия сульфат (безводный)

Для удаления органических примесей сульфат натрия прокаливают при температуре 400°С в течение 8 ч. Хранят в эксикаторе 1 мес.

10.1.4 Стеклоткань или стекловата, очищенная

Волокна стеклоткани или стекловату замочить на сутки в дистиллированной воде, затем слить воду и залить хромовой смесью на 2-3 ч. Если раствор станет зеленым, заменить его свежей порцией хромовой смеси на один час, затем промыть стекловату водопроводной водой 10-15 раз, ополоснуть дистиллированной водой и высушить. Хранить в бюксе или в склянке с притертой пробкой.

10.1.5 Дистиллированная вода, очищенная четыреххлористым углеродом.

Дистиллированную воду экстрагируют в делительной воронке четыреххлористым углеродом из расчета 20 см^3 растворителя на 1 дм^3 воды. После расслоения фаз четыреххлористый углерод отбрасывают в специальную емкость для слива, а дистиллированную воду выливают в чистую склянку. Используется только свежеочищенная дистиллированная вода.

10.1.6 Хромовая смесь

Для приготовления хромовой смеси 5-6 г дихромата калия помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см^3 смачивают 10 – 12 см^3 дистиллированной воды, а затем при непрерывном перемеши-

вании палочкой приливают 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После охлаждения переносят в толстостенную склянку.

10.2 Подготовка посуды

Посуду, используемую для приготовления растворов и выполнения измерений массовой концентрации нефтяных компонентов в пробах воды, промывают раствором концентрированной серной кислоты, затем отмывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой. Раствор кислоты используют многократно.

Сильно загрязненную посуду допускается мыть хромовой смесью после чего тщательно отмывать водой.

Для проверки чистоты посуды на присутствие примесей поглощающих в ИК-области ее ополаскивают небольшими порциями четыреххлористого углерода (5 - 10 $см^3$) и измеряют концентрацию поглощающих в ИК-области примесей в смыве. Посуда является чистой, если измеренная концентрация не превышает 0,001 $мг/см^3$.

10.3 Подготовка хроматографических колонок

В нижнюю часть вымытой хромовой смесью затем тщательно отмытой водой и высушенной колонки помещают комочек стеклоткани или стекловаты и промывают колонку четыреххлористым углеродом. После его стекания закрывают кран и вносят в колонку 3 - 4 $см^3$ четыреххлористого углерода. Помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$ 6 г прокаленного оксида алюминия, добавляют 5-6 $см^3$ четыреххлористого углерода, тщательно перемешивают и в виде суспензии переносят в колонку. Поверх оксида алюминия вносят слой сульфата натрия высотой около 1 см.

При использовании колонки без крана очистку экстракта (см 11.3) осуществляют сразу после заполнения колонки, не допуская стекания четыреххлористого углерода ниже уровня оксида алюминия.

В качестве колонки допустимо использовать бюретки с прямым краном вместимостью 25 $см^3$ с отрезанной верхней частью, так чтобы их длина была около 25 см.

10.4 Подготовка ИК-фотометра

Включение и вывод прибора на режим осуществляется в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

10.5 Приготовление градуировочных растворов

10.5.1 Градуировочные растворы углеводородов для выполнения измерений ИК- фотометрическим методом готовят из ГСО с массовой концентрацией смеси углеводородов 50,0 мг/см^3. Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую коническую пробирку вместимостью 5 см^3. Отбирают 1,0 см^3 образца с помощью чистой сухой пипетки вместимостью 1 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят объем в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Массовая концентрация углеводородов в полученном растворе составляет 1,00 мг/см^3. Полученный раствор допускается хранить в плотно закрытой посуде в холодильнике в течение 3 месяцев.

Для приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,100 мг/см^3 отбирают пипеткой с одной отметкой 5,0 см^3 раствора с массовой концентрацией 1,00 мг/см^3 и помещают его в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят объем в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают При хранении в плотно закрытой посуде в холодильнике раствор устойчив не более 1 месяца.

10.5.2 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованные смеси углеводородов (гексадекана, изооктана, бензола). Методика приготовления аттестованных смесей приведена в приложении А.

10.6 Установление градуировочной зависимости

Для приготовления градуировочных образцов градуированными пипетками вместимостью 1и 5см^3 и пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см ^{3}отбирают 0,025; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10; 15 см^3

градуировочного раствора с концентрацией 0,100 мг/см^3 и переносят в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Доводят объем в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Массовая концентрация углеводородов в полученных образцах составляет 0,0010; 0,0020; 0,0040; 0,0100; 0,0200; 0,0400; 0,0600 мг/см^3. В качестве последнего градуировочного образца используют градуировочный раствор с концентрацией 0,100 мг/см^3.

Установление градуировочной зависимости (градуировку измерительного прибора) осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации применяемого ИК-фотометра с использованием одного или нескольких градуировочных образцов, приготовление которых описано выше.

Установление градуировочной зависимости проводят при замене измерительного прибора либо при использовании новой партии четыреххлористого углерода.

10.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.7.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед анализом серии проб. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.6. Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X-C| \le d, \qquad (1)$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в образце, мг/см^3;

C - приписанное значение массовой концентрации нефтепродуктов в образце, мг/см^3;

d - допускаемое расхождение между измеренным и приписанным значениями массовой концентрации в образце, мг/см^3 (таблица 2).

Таблица 2 - Допускаемые расхождения между измеренным и приписанным значениями массовой концентрации нефтепродуктов в образцах

Массовая концентрация нефтяных компонентов в образце С, мг/см^3	0,0010	0,0020	0,0040	0,0100	0,0200	0,0400	0,0600	0,1000
Допускаемое расхождение d, мг/см^3	0,0004	0,0004	0,0006	0,0011	0,0019	0,0035	0,0051	0,0083

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

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

11 Выполнение измерений

11.1 Холостое измерение

500 – 1000 см^3 очищенной дистиллированной воды (см 10.1.5) помещают в делительную воронку и обрабатывают ее, как описано в 11.2-11.4 одновременно с анализом проб воды. Результат холостого измерения вычитают из результата анализа пробы.

Если при измерении анализируемой пробы проводилось разбавление элюата, то аналогичным образом разбавляют холостую пробу и проводят ее повторное измерение.

При высокой величине холостого измерения (более 0,040 мг/дм^3 нефтепродуктов) повторно проверяют на чистоту используемые реактивы и материалы и, в случае необходимости, находят и устраняют причину загрязнения.

11.2 Экстракция

Пробу воды из транспортной склянки целиком переносят в делительную воронку (*не допускается отбор аликвоты пробы из склянки!*).

В склянку приливают четыреххлористый углерод с таким расчетом, чтобы его объем вместе с использованным для консервации пробы составил 15 см^3. Тщательно ополаскивают четыреххлористым углеродом стенки склянки, в которой находилась проба, и переносят его в делительную воронку. Выполняют экстракцию, энергично встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз нижний слой (четыреххлористый углерод) сливают в колбу с притертой пробкой вместимостью 50 см^3. Затем добавляют в делительную воронку еще 5 см^3 четыреххлористого углерода и выполняют повторную экстракцию. Экстракты объединяют и подвергают обработке, как описано в 11.3 или оставляют на хранение в темном месте. После отделения экстракта измеряют объем пробы воды мерным цилиндром.

Допускается выполнять экстракцию нефтепродуктов в экстракторах, входящих в комплект анализаторов в соответствии с инструкцией по их эксплуатации при условии сохранения соотношения объемов водной фазы и четыреххлористого углерода приведенных выше.

11.3 Очистка экстрактов

Экстракты обезвоживают сульфатом натрия, добавляя его в колбу небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой или встряхиванием. Добавление сульфата натрия прекращают после полного исчезновения эмульсии.

Открывают кран колонки, подготовленной в соответствии с 10.3, и устанавливают скорость протекания четыреххлористого углерода около 1 $см^3$/мин. Когда уровень растворителя опустится до слоя сульфата натрия, переносят в нее обезвоженный экстракт порциями и пропускают его с той же скоростью.

Первые 3-4 $см^3$ элюата (мертвый объем колонки) собирают отдельно в градуированную пробирку вместимостью 10 $см^3$, а основную порцию - в градуированную пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 25 $см^3$. Сульфат натрия и стенки колбы, в которой проводилась осушка экстракта, промывают первыми 3-4 $см^3$ элюата и после того, как уровень экстракта в колонке опустится до слоя сульфата натрия, переносят промывную порцию четыреххлористого углерода в колонку. Повторяют промывание колбы еще 1-2 раза (в зависимости от количества использованного для осушки сульфата натрия) порциями по 2-2,5 $см^3$ чистого четыреххлористого углерода и пропускают смывы через колонку, собирая их в ту же пробирку вместимостью 25 $см^3$. Измеряют объем собранного элюата, закрывают пробирку пробкой и перемешивают. Общий объем элюата не должен превышать 25 $см^3$. При очистке экстракта необходимо следить, чтобы уровень четыреххлористого углерода в колонке не опускался ниже поверхности сульфата натрия.

Предварительно через одну из колонок пропускают 25 $см^3$ четыреххлористого углерода, который в дальнейшем используют в качестве раствора сравнения при измерении концентрации нефтепродуктов в элюатах (см.11.4). Оксид алюминия в колонке используют один раз.

11.4 Измерение

Перед выполнением измерений на ИК-фотометре необходимо промыть кювету несколько раз четыреххлористым углеродом. Промывание продолжают до тех пор пока показания прибора перестанут уменьшаться.

Помещают элюат в чистую кювету ИК-фотометра и производят измерение концентрации нефтепродуктов в соответствии с инструкцией по эксплуатации конкретного прибора.

Если оптическая плотность элюата и соответственно концентрация нефтепродуктов в нем выходит за пределы диапазона, в котором проводилась градуировка, разбавляют элюат и повторяют измерение. Разбавление элюатов следует проводить таким образом, чтобы концентрация нефтепродуктов после разбавления находилась в пределах 0,05 – 0,1 мг/см^3.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию нефтепродуктов в анализируемой пробе воды X, мг/дм^3, находят по формуле

$$X=\frac{C \cdot V_1}{V} \cdot \eta, \qquad (2)$$

где C - концентрация нефтепродуктов в элюате, найденная по показаниям прибора или градуировочной зависимости, мг/см^3;

V_1 - объем элюата, см^3;

V - объем пробы воды, дм^3;

η - степень разбавления элюата; если разбавление не проводилось $\eta = 1$;

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

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

где $\pm \Delta$ - границы характеристики погрешности измерений для данной массовой концентрации нефтепродуктов (таблица 1).

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

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_л \ (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (4)$$

где $\pm$ $\Delta_л$ - границы характеристики погрешности измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений.

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

12.4 Результаты измерения 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 среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.2.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К. Для реализации контрольной процедуры в две чистые склянки (проверка на чистоту по 10.2) наливают по 0,8 – 1,0 $дм^3$ анализируемой воды. В одну из склянок вводят добавку градуировочного раствора смеси н-гексадекана, изооктана и бензола. Выполняют измерение массовой концентрации нефтепродуктов в обеих склянках согласно разделу 11.

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

$$К_к = | X' - X - C |, \qquad (5)$$

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

X - результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробе без добавки, $мг/дм^3$;

C - величина добавки, $мг/дм^3$.

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

$$К = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \qquad (6)$$

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

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

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

$$|K_к| \leq K, \qquad (7)$$

процедуру признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7) норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

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

$$R=2{,}77\cdot\sigma_R. \qquad (8)$$

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Методика
приготовления аттестованных смесей углеводородов АС1-УВ, АС2-УВ, АС3-УВ для установления градуировочной характеристики приборов и контроля точности измерений массовой концентрации нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных смесей углеводородов, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовых концентраций нефтепродуктов ИК-фотометрическим методом в природных и очищенных сточных водах.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных смесей приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов углеводородов

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора		
	АС1-УВ	АС2-УВ	АС3-УВ
Аттестованное значение массовых концентраций углеводородов, мг/см^3	10,00	1,000	0,1000
Границы погрешности аттестованного значения концентрации углеводородов (Р=0,95), мг/см^3	0,270	0,028	0,0028

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 50 $см^3$ - 2 шт.
100 $см^3$ - 1 шт.

А.3.3 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1,2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 1,0 $см^3$ - 1 шт.
2,0 $см^3$ - 3 шт.
10,0 $см^3$ - 1 шт.

А 3.4 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью 5,0 $см^3$ - 2 шт.

А.3.5 Пробирка исполнения 2, ХС, с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 1770-74 вместимостью 5 -10 $см^3$ - 1 шт.

А.3.6 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ - 19/9 по ГОСТ 25336-82 - 1 шт.

А.3.7 Воронка лабораторная тип В по ГОСТ 25336-82 диаметром 36 мм - 1 шт.

А.3.8 Стеклянная палочка диаметром 3-4 мм.

А.3.9 Углерод четыреххлористый, предварительно проверенный на отсутствие примесей, поглощающих в ИК-области спектра.

А.3.10 Изооктан для хроматографии по ТУ 6-09-921-76, х.ч.

А.3.11 н-Гексадекан по ТУ 6-09-3659-74, ч.

А.3.12 Бензол по ТУ 6-09-779-76, х.ч.

А.4 Процедура приготовления аттестованных смесей углеводородов

А.4.1 Приготовление аттестованной смеси АС1-УВ

Отбирают 1,36 $см^3$ изооктана, 1,20 $см^3$ н-гексадекана и 0,70 $см^3$ бензола с помощью чистых сухих пипеток вместимостью 2 $см^3$ и 1 $см^3$, помещают их в пробирку с притертой пробкой вместимостью 5-10 $см^3$ и тщательно перемешивают.

Отвешивают в бюксе с крышкой 1,00 г полученной смеси углеводородов, приливая их с помощью пипетки, с точностью до четвертого знака после запятой. Затем приливают в бюкс 7 – 10 $см^3$ четыреххлористого углерода. Перемешивают тонкой стеклянной палочкой и переносят полученный раствор осторожно по палочке через воронку в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, ополаскивают бюкс два-три раза по 5 $см^3$ четыреххлористого углерода, переносят его в ту же колбу, доводят объем раствора до метки на колбе четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию углеводородов равную 10,0 мг/$см^3$.

А.4.2 Приготовление аттестованной смеси АС2-УВ

Отбирают 5,0 $см^3$ раствора АС1-УВ пипеткой с одной отметкой вместимостью 5,0 $см^3$ и помещают его в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объём раствора до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию углеводородов 1,00 мг/$см^3$.

А 4.3. Приготовление аттестованной смеси АС3-УВ

Отбирают пипеткой с одной отметкой 5,0 $см^3$ раствора АР2-УВ, помещают его в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объём раствора до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию углеводородов 0,100 мг/$см^3$.

А.5 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

А 5.1 Расчет метрологических характеристик аттестованной смеси АС1-УВ

Аттестованное значение массовой концентрации углеводородов в аттестованной смеси АС1-УВ C_1, мг/$см^3$, рассчитывают по формуле

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

где m - масса навески углеводородов, г
V - вместимость мерной колбы, $см^3$.

Расчет погрешности приготовления аттестованной смеси АС1-УВ Δ_1, $мг/см^3$ выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \sqrt{(\frac{\Delta_{\mu u}}{\mu_u})^2 + (\frac{\Delta_{\mu}}{\mu})^2 + (\frac{\Delta_{\mu o}}{\mu_o})^2 + (\frac{\Delta_m}{m})^2 + (\frac{\Delta_1}{V})^2 + (\frac{\Delta_u}{V_u})^2 + (\frac{\Delta_1}{V})^2 + (\frac{\Delta_{vo}}{V_o})^2}, \qquad (A.2)$$

где C_1 - *приписанное смеси углеводородов АС1-УВ значение* массовой концентрации, $мг/см^3$;

$\Delta_{\mu u}$ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве (изооктан) от приписанного значения μ, % ;

μ_u - массовая доля изооктана, приписанная реактиву квалификации «х.ч.», % ;

$\Delta_{\mu г}$ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве (н-гексадекан) от приписанного значения μ, %;

$\mu_г$ - массовая доля н-гексадекана, приписанная реактиву квалификации «ч.», %;

$\Delta_{\mu б}$ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве (бензол) от приписанного значения μ, %;

$\mu_б$ - массовая доля бензола, приписанная реактиву квалификации «х.ч.», %;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески смеси углеводородов г;

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

V - вместимость мерной колбы, $см^3$;

$\Delta_{Vи}$ - предельное значение возможного отклонения объема изооктана, отобранного пипеткой от номинального значения, см^3;

$V_и$ - объем изооктана отбираемый пипеткой, см^3;

$\Delta_{Vг}$ - предельное значение возможного отклонения объема гексадекана, отобранного пипеткой от номинального значения, см^3;

$V_г$ - объем н-гексадекана отбираемый пипеткой, см^3;

$\Delta_{Vб}$ - предельное значение возможного отклонения объема бензола, отобранного пипеткой от номинального значения, см^3;

$V_б$ - объем бензола отбираемый пипеткой, см^3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора углеводородов, равна:

$$\Lambda_1 = 10{,}0\sqrt{(\frac{0{,}15}{99{,}85})^2+(\frac{2}{98})^2+(\frac{0{,}2}{99{,}8})^2+(\frac{0{,}0002}{1{,}0})^2+(\frac{0{,}2}{100})^2+(\frac{0{,}02}{2})^2+(\frac{0{,}02}{2})^2+(\frac{0{,}01}{1})^2} =$$

$= 0{,}270$ мг/см^3.

А.5.2 Расчет метрологических характеристик аттестованной смеси АС2-УВ

Аттестованное значение массовой концентрации углеводородов в аттестованной смеси АС2-УВ C_2, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2}, \qquad (А.3)$$

где C_1 – приписанное смеси углеводородов АС1-УВ значение массовой концентрации, мг/см^3;

V_1 - объем раствора АС1-УВ, отбираемый пипеткой, см^3;

V_2 - вместимость мерной колбы, см^3.

Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-УВ Δ_2, мг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_2}}{V_2})^2}, \qquad (A.4)$$

где C_2 - приписанное аттестованной смеси углеводородов АС2-УВ значение
массовой концентрации, мг/см^3;

Δ_1- предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АС1-УВ, мг/см^3;

C_1- приписанное смеси углеводородов АС1-УВ значение массовой концентрации, мг/см^3;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см^3;

V_1 - объем раствора АС1-УВ, отбираемый пипеткой, см^3;

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

V_2 - вместимость мерной колбы, см^3.

Погрешность приготовления аттестованной смеси АС2-УВ равна

$$\Delta_2 = 1{,}00 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}27}{10{,}0})^2 + (\frac{0{,}03}{5})^2 + (\frac{0{,}1}{50})^2} = 0{,}028 \text{ мг/см}^3.$$

А.5.3 Расчет метрологических характеристик аттестованной смеси АС3-УВ

Аттестованное значение массовой концентрации углеводородов в аттестованной смеси АС3-УВ C_3, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_3}, \qquad (A.5)$$

где C_2 - приписанное аттестованной смеси углеводородов АС2-УВ значение массовой концентрации, мг/см^3;

V_2 - объем смеси АС2-УВ, отбираемый пипеткой, см^3;

V_3 - вместимость мерной колбы, см^3.

Расчет погрешности приготовления аттестованной смеси АС3-УВ Δ_1, мг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_2}{C_2})^2 + (\frac{\Delta_{V_2}}{V_2})^2 + (\frac{\Delta_{V_3}}{V_3})^2}, \qquad (A.6)$$

где C_3 - приписанное аттестованной смеси АС3-УВ значение массовой концентрации углеводородов, мг/см^3;

Δ_2 - предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АС2-УВ, мг/см^3;

C_2 - приписанное аттестованной смеси углеводородов АС2-УВ значение массовой концентрации, мг/см^3;

Δ_{V_2} - предельное значение возможного отклонения объема V_2 от номинального значения, см^3;

V_2 - объем смеси АС2-УВ, отбираемый пипеткой, см^3;

Δ_{V_3} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

V_3 - вместимость мерной колбы, см^3;

Погрешность приготовления аттестованной смеси АС3-УВ равна

$$\Delta_3 = 0{,}100 \cdot \sqrt{(\frac{0{,}028}{1{,}00})^2 + (\frac{0{,}03}{5})^2 + (\frac{0{,}1}{50})^2} = 0{,}0028 \text{ мг/см}^3.$$

А.6 Требования безопасности

При приготовлении аттестованных смесей необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с вредными веществами в химических лабораториях.

По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений относятся к 2, 3, 4 классам опасности.

Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Приготовление растворов следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

А.7 Требования к квалификации операторов

Аттестованные смеси может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

А.8 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными смесями должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованной смеси массовой концентрации углеводородов, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.9 Условия хранения

Аттестованные смеси следует хранить в стеклянной склянке с притертой стеклянной пробкой в холодильнике.

Сроки хранения смесей, мес, не более

АС1-УВ - 6;

АС2-УВ - 3;

АС3-УВ - 1.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ

«ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

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

Факс: (8632) 22-44-70
Телефон (8632) 22-66-68
E-mail ghi@aaanet.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 131.24-2006

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в водах ИК-фотометрическим методом

разработанная ГУ «*Гидрохимический институт*»

и регламентированная в *РД 52 24 476-2007*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 с изменениями 2002 г.

Аттестация осуществлена по результатам *экспериментальных исследований*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазон измеряемых концентраций, значения показателей точности и ее составляющих

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_i, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,04 до 2,00 включ.	0,01 + 0,05 X	0,01 + 0,08 X	0,09 X	0,01+0,19 X

2. Диапазон измерений, значения пределов воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов X, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности P=0,95) R, мг/дм^3
От 0,04 до 2,00 включ.	$0,03 \cdot 0,22 \cdot X$

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.476-2007.

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

Дата выдачи свидетельства 1 августа 2006 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru