

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФБУ

**«Федеральный центр анализа и оценки
технологического воздействия»**



В.И. Цуканов

2012 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

**МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ И ЖИРОВ
(ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ)**

В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОДАХ

МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

**С ПРИМЕНЕНИЕМ КОНЦЕНТРАТОМЕРОВ СЕРИИ КН
(МР СЭП-07-11)**

ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012

(ФР.1.31.2006.02410)

**Методика допущена для целей
государственного экологического контроля**

МОСКВА 2012 г.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации нефтепродуктов (далее НП) и жиров (далее Ж) при их совместном присутствии в питьевых, природных и очищенных сточных водах на концентраторах серии КН.

Диапазон измерений для нефтепродуктов от 0,04 до 5 мг/дм³, для жиров от 0,10 до 10 мг/дм³.

Неионогенные поверхностно-активные вещества (далее НПВ) при массовой концентрации менее 0,1 мг/дм³ не мешают определению жиров.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие документы по стандартизации:

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 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 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 7328-2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие 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 20288-74 Реактивы. Углерод четырёххлористый. Технические условия

ГОСТ 8136-85 Реактивы. Оксид алюминия активный. Технические условия

С. 4 ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10727-91 Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ТУ 2631-027-4449317-98 Углерод четырёххлористый химически чистый для экстракции из водных сред

ТУ 6-09-3916-76 Оксид алюминия для хроматографии

ТУ 79-337-72 Печь муфельная ПМ-8

ИШВЖ.004 ТУ Концентратор КН-2. Технические условия

ТУ 4215-010-39120772-2009 Концентратор КН-2м. Технические условия

ТУ 4215-011-39120772-2009 Концентратор КН-3. Технические условия

ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения рН 1-10 и 7-14. Технические условия

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 использовании 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

Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведённым в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатели прецизионности, (относительные значения) %		Показатель точности ¹⁾ (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ± δ, %
	стандартное отклонение повторяемости, σ _r	стандартное отклонение воспроизво- димости, σ _R	
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)			
от 0,04 до 0,25 включ.	10	18	36
св. 0,25 до 0,5 включ.	9	14	28
св. 0,5 до 5 включ.	8	12	24
Жиры (питьевые воды)			
от 0,1 до 0,5 включ.	8	12,5	25
св. 0,5 до 10 включ.	5	10	20
Жиры (природные и очищенные сточные воды)			
от 0,1 до 0,5 включ.	8	13	32
св. 0,5 до 10 включ.	5	12	26

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.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации НП и Ж используют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

¹⁾ Соответствует расширенной относительной неопределенности с коэффициентом охвата k = 2

4.1 Средства измерений

Концентратомер серии КН: концентратомер КН-3 ТУ 4215-011-39120772 (№ 44670-10 по госреестру), или концентратомер КН-2м ТУ 4215-010-39120772 (№ 44669-10 по госреестру) или концентратомер КН-2 ИШВЖ.004 ТУ (№ 17664-98 по госреестру)

Весы аналитические электронные ЛВ-210-А класса точности 1 (специальный), с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ Р 53228

Гиря для калибровки с номинальным значением массы 200 г Е₂ по ГОСТ 7328

Пипетки вместимостью 5, 10 см³ по ГОСТ 29227

Колбы мерные вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770

Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 1000 см³ по ГОСТ 1770

4.2 Стандартные образцы

Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четырёххлористом углероде ГСО 7822-2000 или ГСО 7248-96

Государственный стандартный образец состава смеси триглицеридов жирных кислот ГСО 9437-2009

4.3 Вспомогательные устройства

Шкаф сушильный общелабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 105 до 110 °С

Печь муфельная ПМ-8 по ТУ 79-337

Установка из стекла для перегонки растворителей:

- перегонная колба вместимостью 1 дм³ по ГОСТ 25336;
- дефлегматор ёлочный (длиной не менее 25 см) по ГОСТ 25336;
- холодильник ХПТ (длиной не менее 30 см) по ГОСТ 25336;
- плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- термометр лабораторный (от 0 до 100 °С, цена деления 0,1 °С) по

ГОСТ 28498

Колба коническая плоскодонная по ГОСТ 25336

Стаканы химические вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336

Стаканчик для взвешивания (бюкс) высокий по ГОСТ 25336

Колонка хроматографическая – стеклянная трубка с внутренним диаметром 7 мм, длиной 200 мм

Штатив для хроматографических колонок

Экстрактор лабораторный ЭЛ-1 ИШВЖ.002 ПС

Воронки делительные вместимостью 0,5; 1,0 дм³ по ГОСТ 25336

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336
 Сито с диаметром отверстий 0,16 мм
 Эксикатор с силикагелем или обезвоженным хлористым кальцием по ГОСТ 25336

Стеклянные палочки длиной (12 – 15) см

Шпатель

Бутылки из стекла вместимостью 1,0 дм³ для отбора и хранения проб

4.4 Реактивы и материалы

Четыреххлористый углерод, х.ч по ГОСТ 20288 или для экстракции из водных сред, х.ч. по ТУ 2631-027-44493179

Оксид алюминия для хроматографии по ТУ 6-09-3916 или ч.д.а. по ГОСТ 8136

Натрий сернокислый безводный, 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

Бумага индикаторная универсальная для определения рН по ТУ 6-09-1181

Примечание – Допускается использование другого оборудования, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

5 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерения массовой концентрации экстрагируемых веществ (НП + Ж) основан на зависимости интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра $(2930 \pm 70) \text{ см}^{-1}$ от массовой концентрации НП и Ж в растворе четыреххлористого углерода.

Процедура анализа заключается в извлечении НП и Ж четыреххлористым углеродом из анализируемой пробы воды (при рН ~ 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 НП. По разности результатов этих определений находят суммарную концентрацию Ж 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 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ Р 12.1.019.

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.

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 выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.) (84,0 – 106,7) (630 – 800);
- относительная влажность воздуха при t = 25 °C, %, не более 80;
- частота переменного тока, Гц (50 ± 1);
- напряжение питания электросети, В (220 ± 22);
- окружающая среда не взрывоопасная.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Отбор проб

9.1.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб» и ГОСТ Р 51593-2000 «Вода питьевая. Отбор проб».

9.1.2 Пробы воды отбирают в стеклянные бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Отобранные пробы не фильтруют и не делят. Объем отобранной пробы в зависимости от предполагаемого содержания НП и Ж в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Объем проб воды в зависимости от предполагаемого содержания НП и Ж в воде

Предполагаемое содержание, мг/дм ³	Объем пробы, дм ³
нефтепродукты	
от 0,04 до 1 включ.	1,00 ± 0,10
св. 1 до 5 включ.	0,50 ± 0,05
жиры	
от 0,1 до 1 включ.	1,00 ± 0,10
св. 1 до 10 включ.	0,50 ± 0,05

9.1.3 Экстракцию НП и Ж из воды проводят не позднее 3 часов после отбора пробы.

При невозможности проведения экстракции в течение этого срока пробу консервируют добавлением смеси серной кислоты и четырёххлористого углерода из расчёта 1 см³ концентрированной серной кислоты и (2,0 – 3,0) см³ четырёххлористого углерода на 1 дм³ 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, в котором указывают:

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

9.2 Подготовка посуды, реактивов и материалов

9.2.1 Подготовка посуды и измерительной кюветы

При выполнении измерений массовой концентрации НП и Ж 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 НП и Ж.

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 НП в соответствии с 10.3. Если измеренное значение массовой концентрации НП не превышает $0,6 \text{ мг/дм}^3$, 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 $20,0 \text{ мг/дм}^3$, 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 около $0,4 \text{ дм}^3$ четырёххлористого углерода, добавляют $0,5 \text{ дм}^3$ 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 безводного сульфата натрия и, периодически перемешивая, выдерживают (10 – 15) минут. Обезвоженный четырёххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют при температурном интервале от 76 до 78°C , собирая отдельно первые $(50 - 60) \text{ см}^3$ (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 2-ой степени активности

Оксид алюминия просеивают через сито с диаметром отверстий 0,16 мм 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 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 прокаленного оксида алюминия в плотно закрытой таре составляет 1 месяц.

Перед использованием необходимое количество прокаленного 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 безводного сульфата натрия

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 не более 1 месяца.

9.2.5 Подготовка натрия хлористого

Натрий хлористый прокаливают в фарфоровой или кварцевой чашке в муфельной печи при температуре (550 – 600) °С, затем охлаждают. Прокалённый натрий хлористый допускается хранить не более 1 месяца в эксикаторе или в колбе с притёртой пробкой.

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.*

9.2.7 Подготовка стекловолкна 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 стекловолочно 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.

9.2.8 Подготовка хроматографической колонки

В нижнюю (оттянутую) часть вымытой и высушенной колонки помещают слой (около 0,5 см) стекловолочна или стекловаты, подготовленных по 9.2.7. Затем в хроматографическую колонку засыпают 3 г оксида алюминия, подготовленного по 9.2.3, и вновь помещают слой стекловолочна или стекловаты. Пропускают через хроматографическую колонку 10 см³ четырёххлористого углерода. Первую порцию прошедшего через колонку четырёххлористого углерода – элюата (около 3 см³) отбрасывают. Следующую порцию элюата собирают в чистый стаканчик. Измерительную кювету предварительно ополаскивают небольшим количеством элюата, затем ее заполняют и измеряют массовую концентрацию НП в элюате в соответствии с 10.3. Если измеренное значение массовой концентрации НП в элюате не превышает 0,6 мг/дм³, то хроматографическая колонка пригодна для работы. При превышении указанного значения хроматографическую колонку промывают новыми порциями четырёххлористого углерода.

Оксид алюминия используют в хроматографической колонке однократно.

9.2.9 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. 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 сульфатом натрия перегоняют, собирая среднюю фракцию²⁾.

²⁾ Сливы четырёххлористого углерода, содержащие ГСО состава раствора НП и смеси триглицеридов жирных кислот (Ж) перегонке не подлежат!

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

Если таким образом не удастся достичь нужной степени очистки, то четырёххлористый углерод не пригоден для дальнейшего использования.

9.2.10 Подготовка очищенной дистиллированной воды

Экстрагируют пробу дистиллированной воды из расчёта 20 см³ четырёххлористого углерода на 1 дм³ воды.

9.3 Приготовление растворов

Основные растворы НП и смеси триглицеридов жирных кислот (Ж) используют в качестве добавки при контроле качества результатов измерений по 13.5.

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

9.3.1 Приготовление основного раствора НП массовой концентрации 1000 мг/дм³

Основной раствор НП в четырёххлористом углероде готовят из ГСО 7822-2000 состава раствора НП (углеводородов) в четырёххлористом углероде³⁾. Для этого ГСО состава раствора НП из ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, затем ампулу тщательно промывают 5 раз четырёххлористым углеродом порциями по 3 см³, сливая в мерную колбу, и затем доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом и перемешивают. Раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Массовая концентрация НП в полученном растворе составляет 1000 мг/дм³.

Основной раствор готовят заново в случае смены партии четырёххлористого углерода.

³⁾ Допускается использование ГСО состава раствора НП (углеводородов) в четырёххлористом углероде другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками. В этом случае основной раствор готовят в соответствии с инструкцией по применению используемого ГСО.

9.3.2 Приготовление рабочего раствора НП массовой концентрации 100 мг/дм³

Рабочий раствор НП в четырёххлористом углероде готовят разбавлением основного раствора НП. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 5,0 см³ основного раствора НП, доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом и перемешивают. Раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 2 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Массовая концентрация НП в полученном растворе составляет 100 мг/дм³.

Рабочий раствор используют для установки исходных значений (калибровки) в соответствии с 9.4.

9.3.3 Приготовление градуировочных растворов НП

Градуировочные растворы НП в четырёххлористом углероде готовят непосредственно перед использованием путем разбавления рабочего раствора НП. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 см³ рабочего раствора НП и доводят объёмы растворов в колбах до метки четырёххлористым углеродом. Растворы тщательно перемешивают. Массовая концентрация НП в полученных растворах составляет 2, 5, 10, 20, 50 мг/дм³ соответственно. Относительная погрешность по процедуре приготовления не превышает 2 %.

Градуировочные растворы используют для контроля работоспособности концентратометра в области измеряемых значений массовых концентраций определяемых веществ.

9.3.4 Приготовление основного раствора смеси триглицеридов жирных кислот (Ж) массовой концентрации 1000 мг/дм³

50 мг ГСО 9437-2009⁴⁾ состава смеси триглицеридов жирных кислот помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в четырёххлористом углероде и доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом, перемешивают. Относительная погрешность по процедуре приготовления не превышает 0,5 %.

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

Основной раствор допускается хранить при температуре (0 – 5) °С не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Основные растворы НП и смеси триглицеридов жирных кислот (Ж) используют в качестве добавки при контроле качества результатов измерений по 13.5.

9.3.5 Подготовка животного жира

Животный жир используют в случае отсутствия ГСО состава жиров.

Навеску 5 г животного жира (лучше говяжьего) растворяют в 50 см³ четыреххлористого углерода. Полученный раствор фильтруют через слой стекловолна или стекловаты (подготовленных по 9.2.7), а затем упаривают. Полученный очищенный жир используют для приготовления основного раствора по 9.3.4 аналогично ГСО.

9.3.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал или при смене партий реактивов.

Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 2 образцов из приведенных в 9.3.3). Для каждого образца проводят не менее двух измерений массовой концентрации НП в градуировочных растворах. Первый результат измерений не учитывают.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|X_i - C| \leq \Delta_{\text{си}}, \quad (1)$$

где X_i – результат контрольного измерения массовой концентрации НП в образце для градуировки, мг/дм³;

C – аттестованное значение массовой концентрации НП в образце для градуировки, мг/дм³;

$\Delta_{\text{си}}$ – предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения в соответствии с руководством по эксплуатации прибора, мг/дм³, рассчитанный по формуле

$$\Delta_{\text{си}} = 0,50 + 0,05 \cdot C, \quad (2)$$

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов, предусмотренных методикой.

9.4 Подготовка и использование концентратомера

Подготовку к работе, установку исходных значений и контроль работоспособности концентратомера серии КН осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Для установки исходных значений (калибровки) используют чистый четырёххлористый углерод и рабочий раствор НП массовой концентрации 100 мг/дм^3 , приготовленный из четырёххлористого углерода, применяемого при проведении анализа.

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 $\text{pH} \sim 2$ (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 растворитель в делительную воронку. Добавляют туда еще 5 см^3 четырёххлористого углерода (с учетом 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 $\sim 2500 \text{ об./мин}$. 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 колбу. 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 безводным сульфатом натрия (не менее 4 г), подготовленным по 9.2.4, в течение 10 минут, добавляя его в стаканчик небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой. После завершения процесса осушки экстракт сливают в мерный цилиндр вместимостью 25 см³, затем делят его на две приблизительно равные части (экстракт № 1 и экстракт № 2).

10.2.2 Подготовка экстракта для определения суммарной массовой концентрации НП и Ж

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

Если массовая концентрация НП и Ж в анализируемом экстракте превышает верхнюю границу диапазона измерений прибора, то разбавляют экстракт четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2, и получают экстракт № 1А. Затем экстракт № 1А заливают в кювету, которую предварительно ополаскивают этим раствором, устанавливают в прибор и производят повторное измерение в соответствии с 10.3.

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

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

10.2.3 Подготовка экстракта для определения массовой концентрации НП.

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

Если для измерения суммарной массовой концентрации НП и Ж потребовалось разбавление по 10.2.2, то используют экстракт № 1А.

В подготовленную по 9.2.8 хроматографическую колонку наливают 3 см³ 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 см³ элюата отбрасывают, а оставшуюся часть элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью (10 – 25) см³ и используют для измерения массовой концентрации НП 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 НП и Ж в холостой пробе

Определение массовой концентрации НП и Ж в холостой пробе выполняют одновременно с анализом серии проб. Для этого берут 1,0 дм³ 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.

10.4.1 Если измеренное значение массовой концентрации экстрагируемых веществ в анализируемом растворе является отрицательным числом, 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 (калибровку) в соответствии с 9.4.

10.4.2 Если значение массовой концентрации НП и Ж в холостой пробе превышает 0,02 мг/дм³, то выполняют определение повторно в соответствии 10.1 – 10.2 и, в случае необходимости, выявляют и устраняют причину загрязнения холостой пробы

Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчёте массовой концентрации НП и Ж в пробе. Анализ холостой пробы проводят также при использовании новой партии реактивов.

11 ВЫЧИСЛЕНИЕ (ОБРАБОТКА) РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Массовую концентрацию экстрагированных веществ НП и Ж, $X_{\text{НП+Ж}}$, мг/дм³, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{\text{(НП+Ж)}} = \frac{X_{\text{(НП+Ж)изм}} \cdot V_{\text{ЭК}} \cdot K_{\text{Р}}}{V_{\text{ПР}}} - X_{\text{(НП+Ж)хол}}, \quad (3)$$

где $X_{\text{(НП+Ж)изм}}$ – результат измерения суммарной массовой концентрации НП и Ж в экстракте на концентратомере, мг/дм³;

$V_{\text{ЭК}}$ – объём четырёххлористого углерода, использованного для проведения экстракции ($V_{\text{ЭК}} = 20$ см³);

$K_{\text{Р}}$ – коэффициент разбавления, т. е. соотношение объёмов мерной колбы и аликвоты экстракта (учитывается при разбавлении по 10.3);

$V_{\text{ПР}}$ – объём анализируемой пробы воды, см³;

$X_{\text{(НП+Ж)хол}}$ – результат измерения массовой концентрации НП и Ж в холостой пробе, мг/дм³.

11.2 Массовую концентрацию нефтепродуктов $X_{\text{НП}}$, мг/дм³, в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{\text{(НП)}} = \frac{X_{\text{(НП)изм}} \cdot V_{\text{ЭК}} \cdot K_{\text{Р}}}{V_{\text{ПР}}} - X_{\text{(НП)хол}}, \quad (4)$$

где $X_{\text{(НП)изм}}$ – результат измерения массовой концентрации НП в элюате на концентратомере, мг/дм³;

$V_{\text{ЭК}}$ – объём четырёххлористого углерода, использованного для проведения экстракции ($V_{\text{ЭК}} = 20$ см³);

$K_{\text{Р}}$ – коэффициент разбавления, т. е. соотношение объёмов мерной колбы и аликвоты экстракта (учитывается при разбавлении по 10.3);

$V_{\text{ПР}}$ – объём анализируемой пробы воды, см³;

$X_{\text{(НП)хол}}$ – результат измерения массовой концентрации НП в холостой пробе, мг/дм³.

11.3 Массовую концентрацию $X_{\text{Ж}}$, мг/дм³, Ж в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_{\text{Ж}} = X_{\text{(НП+Ж)}} - X_{\text{(НП)}}, \quad (5)$$

где $X_{\text{(НП+Ж)}}$ – массовая концентрация экстрагированных веществ (НП+Ж), рассчитанная по формуле (3), мг/дм³;

$X_{\text{(НП)}}$ – массовая концентрация НП, рассчитанная по формуле (4), мг/дм³.

11.4 За результат анализа массовой концентрации НП и Ж принимают результат единичного измерения.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Результат измерений X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$X \pm \Delta, \quad P = 0,95, \quad (6)$$

где X – результат измерений массовой концентрации НП или Ж в пробе, мг/дм³;

Δ – значение показателя точности методики, мг/дм³.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

12.2 Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде

$$X \pm \Delta_L, \quad P = 0,95 \text{ при условии } \Delta_L < \Delta, \quad (7)$$

где X – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики, мг/дм³;

Δ_L – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/дм³.

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

13 ПРОЦЕДУРЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 Обеспечение достоверности измерений организуют и проводят путём проведения проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости, оперативного контроля процедуры измерений и контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости

13.2.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, проводят по результатам измерений массовой концентрации нефтепродуктов и жиров в образцах для контроля, приготовленных на основе стандартных образцов состава раствора НП и стандартных образцов состава смеси триглицеридов жирных кислот (Ж).

13.2.2 Результаты измерений признают приемлемыми при выполнении условия

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq r, \quad (8)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации НП (Ж), полученные в условиях повторяемости, мг/дм³;

r – предел повторяемости, %. Значения предела повторяемости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях повторяемости), r , %
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)	
от 0,04 до 0,25 включ.	28
св. 0,25 до 0,5 включ.	25
св. 0,5 до 5 включ.	22
Жиры (питьевые воды)	
от 0,1 до 0,5 включ.	22
св. 0,5 до 10 включ.	14
Жиры (природные и очищенные сточные воды)	
от 0,1 до 0,5 включ.	22
св. 0,5 до 10 включ.	14

13.2.3 При невыполнении условия (8) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (8).

13.3 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности

13.3.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности, проводят по результатам измерений массовой концентрации НП и Ж в образцах для контроля, приготовленных на основе стандартных образцов состава раствора НП и стандартных образцов состава смеси триглицеридов жирных кислот (Ж).

13.3.2 Расхождение между единичными результатами измерений, полученными в одной лаборатории в разных условиях, не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq R_L \quad (9)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации НП (Ж), полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, мг/дм³;

R_L – предел внутрилабораторной прецизионности, %. Значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Диапазон измерений, значения предела внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел внутрилабораторной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в одной лаборатории), R_L , %
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)	
от 0,04 до 0,25 включ.	42
св. 0,25 до 0,5 включ.	33
св. 0,5 до 5 включ.	28
Жиры (питьевые воды)	
от 0,1 до 0,5 включ.	29
св. 0,5 до 10 включ.	23
Жиры (природные и очищенные сточные воды)	
от 0,1 до 0,5 включ.	30
св. 0,5 до 10 включ.	28

При выполнении условия (9) приемлемы оба результата измерений.

13.3.3 При невыполнении условия (9) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (9).

13.4 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости

13.4.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости, проводят по результатам измерений массовой концентрации НП и Ж в образцах для контроля, приготовленных на основе стандартных образцов состава раствора НП и стандартных образцов состава смеси триглицеридов жирных кислот (Ж).

13.4.2 Расхождение между единичными результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq R, \quad (10)$$

где X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации НП (Ж), полученные в условиях воспроизводимости, мг/дм³;

R – предел воспроизводимости, %. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

Таблица 5 – 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 , %
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)	
от 0,04 до 0,25 включ.	50
св. 0,25 до 0,5 включ.	39
св. 0,5 до 5 включ.	34
Жиры (питьевые воды)	
от 0,1 до 0,5 включ.	35
св. 0,5 до 10 включ.	28
Жиры (природные и очищенные сточные воды)	
от 0,1 до 0,5 включ.	36
св. 0,5 до 10 включ.	34

При выполнении условия (10) приемлемы оба результата измерений.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.5 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.5.1 Оперативный контроль процедуры измерений проводят путём сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_K с нормативом контроля точности K .

13.5.2 Результат контрольной процедуры K_K рассчитывают по формуле

$$|K_K| = |X' - X - C_d|, \quad (11)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации НП (Ж) в пробе с добавкой, мг/дм³;

X – результат контрольного измерения массовой концентрации НП (Ж) в рабочей пробе, мг/дм³;

C_d – величина добавки нефтепродуктов (жиров), мг/дм³.

13.5.3 Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \quad (12)$$

где $\Delta_{лх'}$ ($\Delta_{лх}$) – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее содержанию компонента в пробе с добавкой (рабочей пробе), мг/дм³.

Значение характеристики погрешности рассчитывают по формуле

$$\Delta_{лх'} (\Delta_{лх}) = 0,01 \cdot \delta_l \cdot X' (X), \quad (13)$$

где δ_l – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, %.

13.5.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия

$$K_K \leq K. \quad (14)$$

При невыполнении условия (14) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.5.5 Периодичность оперативного контроля процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в документах лаборатории.

Ключевые слова: питьевая вода, природная вода, очищенная сточная вода, нефтепродукты, углеводороды, жиры, массовая концентрация, ИК-спектрофотометрия.

Руководитель разработки: Директор ООО «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР»
Должность наименование предприятия-разработчика


личная подпись

Ю.Г. Василенко
инициалы, фамилия

Исполнители: Главный метролог

должность


личная подпись

Г.Н. Орнаткая
инициалы, фамилия

Соисполнители:

Руководитель разработки: Заведующий лабораторией экологических исследований и хроматографического анализа (ЛЭиХА)

должность

НИОХ им. Ворожцова СО РАН

наименование предприятия-разработчика


личная подпись

С.В. Морозов

инициалы, фамилия

Исполнители:

С.Н.С

Должность


личная подпись

Е.И. Черняк

инициалы, фамилия

Утверждена Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов

наименование документа об утверждении методики измерений

и жиров (при их совместном присутствии) в питьевых, природных и очищенных сточных водах методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН

ПНД Ф 14.1:2:4.273-2012 (ФР.1.31.2006.02410)

номер документа

27.12.2011г.

дата принятия документа

Количество листов: 25



000719

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)

Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0570/01.00258/2012

Методика измерений массовых концентраций нефтепродуктов и жиров (при их
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
совместном присутствии) в питьевых, природных и очищенных сточных водах
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений
методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН,

предназначенная для измерения состава питьевых, природных и очищенных сточных
область использования
вод.

разработанная ООО "ПЭП "СИБЭКОПРИБОР", 630058, г. Новосибирск, ул. Русская, д. 41,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
НПОХ им. Н.Н. Ворожцова СО РАН, 630090, г. Новосибирск, проспект акад. Лаврентьева,

д.9.

и содержащаяся в методических рекомендациях МР СЭП-07-11 "Методика измерений
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
массовых концентраций нефтепродуктов и жиров (при их совместном присутствии) в

питьевых, природных и очищенных сточных водах методом ИК-спектрофотометрии с
применением концентратометров серии КН", 2012 г., на 25 листах.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений"
и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
теоретических и (или) экспериментальных исследований
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе

С.В.Медведевских

Зав. лабораторией

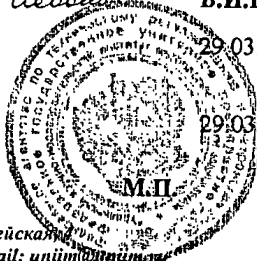
В.И.Панева

Дата выдачи

29.03.2012

Рекомендуемый срок пересмотра
методики измерений:

29.03.2017



ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству №222.0570/01.00258/2012 об аттестации
регистрационный номер

методики измерений массовых концентраций нефтепродуктов и жиров в питьевых, природных и очищенных сточных водах
методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН
на 1 листе

Показатели точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазоны измерений, показатели точности измерений

Диапазоны измерений, мг/дм ³	Показатели прецизионности (относительные значения), %				Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), ±δ. %
	стандартное отклонение повторяемости, σ _r	стандартное отклонение воспроизводимости ¹ , σ _R	предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при P=0,95), r	предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях. при P=0,95), R	
Нефтепродукты (питьевые, природные и очищенные сточные воды)					
от 0,04 до 0,25 включ.	10	18	28	50	36
св. 0,25 до 0,5 включ.	9	14	25	39	28
св. 0,5 до 5 включ.	8	12	22	34	24
Жиры (питьевые воды)					
от 0,1 до 0,5 включ.	8	12,5	22	35	25
св. 0,5 до 10 включ.	5	10	14	28	20
Жиры (природные и очищенные сточные воды)					
от 0,1 до 0,5 включ.	8	13	22	36	32
св. 0,5 до 10 включ.	5	12	14	34	26

С.н.с. ФГУП «УНИИМ», эксперт метролог



О.Б. Пономарева

Дата выдачи: 29.03.2012г.

¹ Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.