

**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»

И.М. Цветков
« 26 » ноября 2002 г.



КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИРОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И
ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ
ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ**

ПНД Ф 14.1:2.189-02

**Методика допущена для целей государственного экологического
контроля**

**МОСКВА
2002 г.**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ "Центр экологического контроля и анализа" Министерства природных ресурсов России.

Зам. директора ФГУ "ЦЭКА" –
главный метролог



К.И. Машкович

Директор
ПЭП «СИБЭКОПРИБОР»



Ю.Г. Василенко

Разработчик:

ООО "Производственно-экологическое предприятие "СИБЭКОПРИБОР"

Адрес: 630058, г. Новосибирск, ул. Русская, 41

Телефон: (383) 333-74-58, 332-91-36, 333-82-66

Факс: (383) 333-74-58, 332-91-36

E-mail: sep@sibecopribor.ru

<http://www.sibecopribor.ru>

Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН

Адрес: 630090, г. Новосибирск, проспект акад. Лаврентьева, 9

Телефон: (383) 330-88-51, 330-66-62

Факс: (383) 330-88-67

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает ИК-спектрофотометрическую методику количественного химического анализа (КХА) проб природных и очищенных сточных вод для определения в них содержания жиров в диапазоне концентраций от 0,1 до 100,0 мг/дм³.

Если массовая концентрация жиров в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление экстракта таким образом, чтобы концентрация жиров соответствовала регламентируемому диапазону.

Определению жиров не мешает присутствие в анализируемой пробе воды нефтепродуктов с концентрацией до 20 мг/дм³.

2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на извлечении жиров и неполярных органических соединений (углеводородов) четыреххлористым углеродом из анализируемой пробы воды (при pH ~ 2) посредством двукратной экстракции. Экстракт делят на две приблизительно равные части. В первой части экстракта определяют суммарную концентрацию всех экстрагированных веществ. Вторую часть экстракта подвергают хроматографическому разделению в колонке, заполненной оксидом алюминия, и в элюате определяют массовую концентрацию нефтепродуктов. По разности результатов этих определений находят суммарную концентрацию жиров в анализируемой пробе воды.

Количественное определение веществ проводят по интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра $(2930 \pm 70) \text{ см}^{-1}$.

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

3.1 Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

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

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %
От 0,1 до 0,5 вкл.	8	16	33
Св. 0,5 до 5,0 вкл.	7	15	30
Св. 5,0 до 100,0 вкл.	6	9	18

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

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

3.3 При разбавлении экстракта результату КХА приписывается значение характеристики погрешности диапазона, в котором произведено измерение.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

4.1 Средства измерений

- Концентратомер КН-2, КН-2м	ИШВЖ. 004 ТУ ИШВЖ. 010 ТУ
- Государственный стандартный образец состава тристеарина	ГСО 8126-2002
- Весы лабораторные ВЛР-200	по ГОСТ 24104
- Меры массы	по ГОСТ 7328
- Пипетки 2-2-5, 2-2-10	по ГОСТ 29227
- Колбы мерные 2-50-2	по ГОСТ 1770
- Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 1000 см ³	по ГОСТ 1770

4.2 Вспомогательные устройства

- Шкаф сушильный общелабораторный, обеспечивающий поддержание температуры от 105 до 110 °С	
- Печь муфельная ПМ-8	по ТУ 79-337
- Стаканы химические вместимостью 50 см ³	по ГОСТ 25336
- Стаканчик для взвешивания (бюкс) высокий	по ГОСТ 25336
- Экстрактор либо воронки делительные вместимостью 0,25 – 1,0 дм ³	по ГОСТ 25336
- Колонки хроматографические с внутренним диаметром 7 мм длиной 200 мм	
- Штатив для хроматографических колонок	
- Сито с диаметром отверстий 0,16 мм	
- Эксикатор	по ГОСТ 25336
- Стеклянные палочки длиной 12÷15 см	
- Шпатель	
- Бутыли из стекла вместимостью 0,5÷1,0 дм ³ с притертыми пробками для отбора и хранения проб	

4.3 Реактивы и материалы

- | | |
|-------------------------------------|------------------|
| - Четыреххлористый углерод, х.ч. | по ГОСТ 20288 |
| или ос.ч. | или ТУ 6-09-3219 |
| - Оксид алюминия, для хроматографии | по ТУ 6-09-3916 |
| или ч.д.а. | или ГОСТ 8136 |
| - Натрий сернокислый, безводный, ч. | по ГОСТ 4166 |
| - Кислота серная | по ГОСТ 4204 |
| - Вода дистиллированная | по ГОСТ 6709 |
| - Стеклоткань или стекловата | по ГОСТ 10146 |

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.3.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

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

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ 12.1.019.

5.3 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.

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы оперативного контроля процедуры анализа.

7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

- атмосферное давление кПа (мм.рт.ст.) 97,3 - 104,6 (730 – 780);
- температура воздуха °С; 20 ± 5;
- относительная влажность воздуха, % не более 80, при t° = 25 °С;
- напряжение питания электросети, В 220 ± 22;
- частота переменного тока, Гц 50 ± 1.

8 ОТБОР ПРОБ

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

8.2 Пробы воды отбирают в стеклянные бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Отобранные пробы не фильтруют. Объем отобранной пробы в зависимости от содержания жиров в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Объем проб воды

Содержание жиров, мг/дм ³	Объем пробы, дм ³
От 0,1 до 1,0 вкл.	1,00 ± 0,10
Свыше 1,0 до 5,0 вкл.	0,50 ± 0,05
Свыше 5,0 до 10,0 вкл.	0,25 ± 0,03
Свыше 10,0	0,10 ± 0,01

8.3 Экстракцию жиров из воды проводят не позднее 3 часов после отбора пробы. Сорбированные на стенках бутылки жиры должны быть смыты растворителем, который затем используют для экстракции. При невозможности проведения экстракции в течение этого срока пробу консервируют добавлением смеси серной кислоты и четыреххлористого углерода из расчета 1 см³ концентрированной серной кислоты и 2,0 – 3,0 см³ четыреххлористого углерода на 1 дм³ пробы. При экстракции эти объемы следует учитывать. Законсервированные пробы можно хранить при температуре 3 – 5 °С не более 72 часов.

8.4 При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

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

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка посуды

При выполнении измерений массовой концентрации жиров необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды. Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированные серную и азотную кислоты. ***Запрещается использовать для мытья все виды синтетических моющих средств!*** Рекомендуется иметь отдельный набор посуды, который используется только для определения жиров. ***Категорически запрещается смазывать шлифы и краны делительных воронок всеми видами смазок!***

9.2 Подготовка реактивов и материалов

9.2.1 Подготовка четыреххлористого углерода

Проверяют чистоту каждой партии в соответствии с руководством по эксплуатации концентратомера. Если цифровое показание лежит ***в пределах от $-10,0$ до $20,0$ мг/дм³***, то четыреххлористый углерод пригоден для работы. В противном случае выполняют очистку растворителя следующим образом.

В экстрактор или делительную воронку вместимостью 1 дм³ помещают около 0,4 дм³ четыреххлористого углерода, добавляют 0,5 дм³ дистиллированной воды и перемешивают в течение 1 минуты. Слой четыреххлористого углерода сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды.

К промытому четыреххлористому углероду добавляют около 10 г безводного сульфата натрия и, периодически перемешивая, выдерживают 10 – 15 минут. Обезвоженный четыреххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют при температурном интервале от 76 до 78 °С, собирая отдельно первые 50 – 60 см³ (затем отбрасывают), основную фракцию (собственно очищенный четыреххлористый углерод) и оставляя в перегонной колбе около 50 см³ четыреххлористого углерода.

9.2.2 Подготовка оксида алюминия 2-ой степени активности

Сорбент просеивают через сито и используют мелкую фракцию. Оксид алюминия прокаливают в фарфоровой или кварцевой чашке в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 4 часов, остужают до 150 °С, после чего помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

Если при прокаливании оксид алюминия приобретает желтый цвет, то он непригоден для использования. Срок хранения прокаленного оксида алюминия в плотно закрытой таре составляет один 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.

9.2.3 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 1 месяц.

9.2.4 Приготовление раствора серной кислоты 1:9

В термостойкой посуде смешивают 9 объемов дистиллированной воды 1 объем концентрированной серной кислоты. *Кислоту осторожно приливают к воде.*

9.2.5 Подготовка стекловолокна или стекловаты

Стекловолокну 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.

Примечание – Допускается использование ваты медицинской по ГОСТ 5556 (хлопковой, не синтетической!). Перед использованием вату тщательно промывают четыреххлористым углеродом и высушивают при комнатной температуре.

9.2.6 Подготовка хроматографических колонок

В нижнюю часть вымытой и высушенной колонки помещают комочек стекловолна или стекловаты. Затем в колонку засыпают 3 г оксида алюминия (подготовленного по 9.2.2) и вновь помещают слой стекловолна или стекловаты (0,5 см).

Оксид алюминия используют в колонке однократно.

9.2.7 Подготовка животного жира

Животный жир используется в случае отсутствия ГСО 8126-2002 состава тристеарина.

Навеску 5 г животного жира (лучше говяжьего) растворяют в 50 см³ четыреххлористого углерода. Полученный раствор фильтруют через слой стекловолна или стекловаты (подготовленных по 9.2.5), а затем упаривают. Полученный очищенный жир используют для приготовления растворов по 9.3 аналогично ГСО.

9.2.8 Подготовка очищенной дистиллированной воды

Экстрагируют пробу дистиллированной воды из расчета 20 см³ четыреххлористого углерода на 1 дм³ воды.

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Приготовление основного раствора тристеарина массовой концентрации 1000 мг/дм³

50 мг ГСО 8126-2002 состава тристеарина помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в четыреххлористом углероде и доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом, перемешивают. Относительная погрешность, обусловленная процедурой приготовления, составляет 2,5 %.

Основной раствор можно хранить при температуре 0 – 5 °С в течение 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Основной раствор тристеарина используют в качестве добавки при контроле качества результатов измерений по 15.

9.3.2 Приготовление рабочего раствора тристеарина массовой концентрации 100 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ основного раствора и доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом, перемешивают.

9.3.3 Приготовление градуировочных растворов тристеарина

Шкалу градуировочных растворов с массовыми концентрациями жиров 10, 30, 50, 80 мг/дм³ готовят путем разбавления основного раствора четыреххлористым углеродом непосредственно перед использованием. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ последовательно помещают 0,5; 1,5; 2,5 и 4 см³ основного раствора и доводят до метки четыреххлористым углеродом.

Относительная погрешность δ ($P = 0,95$) рабочего и градуировочных растворов тристеарина, обусловленная процедурой приготовления, не превышает 3,5 %. Растворы можно хранить при температуре 0 – 5 °С в течение 3 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

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

9.4 Подготовка и использование концентратомера

Подготовку концентратомера к работе и его использование осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Экстракция

Пробу анализируемой воды полностью переносят в делительную воронку соответствующей вместимости, приливают разбавленную (1:9) серную кислоту до pH ~ 2. Если проба воды была предварительно законсервирована, то серную кислоту не добавляют. Сосуд, в котором находилась проба, тщательно ополаскивают 5 см³ четыреххлористого углерода и выливают растворитель в делительную воронку. Добавляют туда еще 5 см³ четыреххлористого углерода (с учетом консервации общий объем четыреххлористого углерода должен составить 10 см³). Выполняют экстракцию, встряхивая делительную воронку не менее 10 минут, затем отстаивают в течение 10 минут. После расслоения фаз нижний слой (экстракт) сливают в колбу. Повторяют экстракцию с новой порцией четыреххлористого углерода объемом 10 см³. Затем экстракты объединяют и подвергают обработке по 10.2 или оставляют на хранение. Полученный экстракт хранят в течение 1 недели при температуре 3 – 4 °С. Объем анализируемой пробы воды измеряют мерным цилиндром.

Допускается выполнять экстракцию в экстракторах, входящих в комплект прибора. В этом случае руководствуются соответствующими инструкциями по эксплуатации.

10.2 Обработка экстракта

Экстракт сушат безводным сульфатом натрия (не менее 4 г) в течение 10 минут, до осветления экстракта, 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).

Экстракт № 1 заливают в измерительную кювету и проводят измерение массовой концентрации экстрагированных веществ на концентратометре в соответствии с 10.3.

Экстракт № 2 пропускают через хроматографическую колонку, заполненную оксидом алюминия, следующим образом.

В подготовленную по 9.2.6 хроматографическую колонку наливают 3 см³ четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, пропускают экстракт № 2 в хроматографическую колонку. Первые 3 см³ элюата

отбрасывают, а оставшуюся часть элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 10 – 25 см³. Полученный элюат заливают в измерительную кювету и проводят измерение на приборе в соответствии с 10.3.

10.3 Проведение измерений

Проведение измерений осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации концентратомёра.

Анализируемый раствор (экстракт № 1 или элюат, полученные по 10.2) заливают в кювету и устанавливают в прибор. Измеряют концентрацию, считывая показания прибора.

В случае если концентрация анализируемого раствора превышает верхнюю границу диапазона измерений прибора, то разбавляют раствор четыреххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.1. Затем раствор заливают в кювету, которую предварительно ополаскивают этим раствором, устанавливают в прибор и производят измерение.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРОВ В ХОЛОСТОЙ ПРОБЕ

Определение массовой концентрации жиров в холостой пробе выполняют одновременно с анализом серии проб. Для этого берут 0,5 – 1,0 дм³ очищенной (по 9.2.8) дистиллированной воды и обрабатывают ее, как описано в 10.

Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчете концентрации жиров в пробе.

Анализ холостой пробы проводят также при использовании новой партии реактивов.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

12.1 Массовую концентрацию X_1 , мг/дм³, экстрагированных веществ в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{X_{\text{изм}}^1 \cdot V_{\text{эк}} \cdot K_1}{V_{\text{пр}}}, \quad (1)$$

где $X_{\text{изм}}^1$ – массовая концентрация экстрагированных веществ, измеренная на приборе, мг/дм³;

$V_{\text{эк}}$ – объем четыреххлористого углерода, использованного для проведения экстракции ($V_{\text{эк}} = 20$ см³);

K_1 – коэффициент разбавления, т.е. соотношение объемов мерной колбы и аликвоты экстракта № 1 (учитывается при его разбавлении по 10.3);

$V_{\text{пр}}$ – объем анализируемой пробы воды, см³.

12.2 Массовую концентрацию X_2 , мг/дм³, неполярных органических соединений в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{X_{\text{изм}}^2 \cdot V_{\text{эк}} \cdot K_2}{V_{\text{пр}}}, \quad (2)$$

где $X_{\text{изм}}^2$ – массовая концентрация неполярных органических соединений, измеренная на приборе, мг/дм³;

$V_{\text{эк}}$ – объем четыреххлористого углерода, использованного для проведения экстракции ($V_{\text{эк}} = 20$ см³);

K_2 – коэффициент разбавления, т.е. соотношение объемов мерной колбы и аликвоты элюата (учитывается при его разбавлении по 10.3);

$V_{\text{пр}}$ – объем анализируемой пробы воды, см³.

12.3 Массовую концентрацию X , мг/дм³, жиров в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле

$$X = X_1 - X_2, \quad (3)$$

где X_1 – массовая концентрация всех экстрагированных веществ, рассчитанная по формуле (1), мг/дм³;

X_2 – массовая концентрация неполярных органических соединений, рассчитанная по формуле (2), мг/дм³.

12.4 Из результатов анализа вычитают данные, полученные при анализе холостой пробы.

12.5 За результат измерения массовой концентрации жиров принимают среднее арифметическое значение X (мг/дм³) двух результатов параллельных определений (X_1 , X_2), расхождение между которыми для диапазона не должно превышать предела повторяемости – г. Значения предела повторяемости (г) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 3.

При превышении предела повторяемости (г) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. Если при этом размах ($X_{\max} - X_{\min}$) четырех результатов параллельных определений равен или меньше критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение четырех результатов параллельных определений. Значения $CR_{0,95}(4)$ приведены в таблице 3.

Если размах ($X_{\max} - X_{\min}$) $> CR_{0,95}(4)$, то в качестве окончательного результата измерения может быть принята медиана результатов четырех определений. Кроме того, целесообразно выяснить причины появления неприемлемых результатов параллельных определений.

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

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %	Относительное значение критического диапазона четырех результатов параллельных определений, $CR_{0,95}(4)$, %
От 0,1 до 0,5 вкл.	22	29
Свыше 0,5 до 5,0 вкл.	20	25
Свыше 5,0 до 100,0 вкл.	17	22

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Результат измерения $\bar{X}$, мг/дм³ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \quad P = 0,95, \quad (4)$$

где $\Delta = 0,01 \delta \cdot \bar{X}$, ($\bar{X}$ – массовая концентрация жиров в пробе), значения δ приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде

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

где $\bar{X}$ – результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_n$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

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

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости (R) приведены в таблице 4.

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

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

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
От 0,1 до 0,5 вкл.	45
Свыше 0,5 до 5,0 вкл.	42
Свыше 5,0 до 100,0 вкл.	25

15 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

15.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратичного отклонения внутри-лабораторной прецизионности, погрешности).

15.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

15.2.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля точности K .

15.2.2 Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле

$$|K_k| = |\bar{X}' - \bar{X} - C_d|, \quad (6)$$

где $\bar{X}'$ – результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в пробе с добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r ;

$\bar{X}$ – результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости g . Значения g приведены в таблице 3;

C_d – величина добавки.

15.2.3 Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{л,\bar{X}'})^2 + (\Delta_{л,\bar{X}})^2}, \quad (7)$$

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

Значение характеристики погрешности рассчитывают по формуле

$$\Delta_{л,\bar{X}'} (\Delta_{л,\bar{X}}) = 0,01 \cdot \delta_{л} \bar{X}' (\bar{X}), \quad (8)$$

где $\delta_{л}$ – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики.

15.2.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия

$$K_k \leq K. \quad (9)$$

При невыполнении условия (9) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

15.2.5 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.



2586

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
Государственный научный метрологический центр
ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.05.61/2009

Методика выполнения измерений массовой концентрации жиров в природных и
очищенных сточных водах методом ИК-спектрофотометрии на концентратомере КН-2м,
и метода измерений
разработанная ООО «Производственно-экологическое предприятие «СИБЭКОПРИБОР»

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ,
по разработке методики выполнения измерений
теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

С.В. Медведевских

Зав. лабораторией

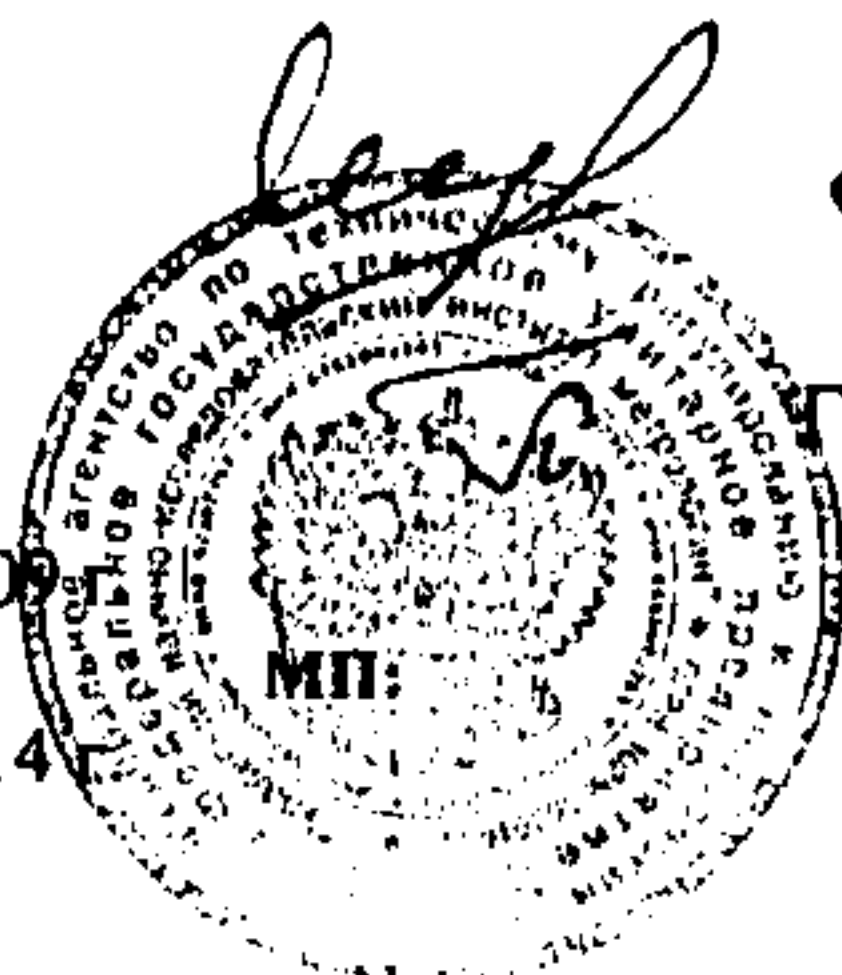
Г.И. Терентьев

Дата выдачи:

10.06.2009

Срок действия:

10.06.2014



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



**Приложение к свидетельству об аттестации № 223.1.01.05.61 /2009
методики выполнения измерений массовой концентрации жиров
в природных и очищенных сточных водах методом
ИК-спектрофотометрии на концентратомере КН-2м**

1 Диапазон измерений, значения показателей точности¹, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм ³	Показатель повторяемо- сти (относи- тельное значение среднеквадрати- ческого откло- нения повто- ряемости), σ_r , %	Показатель воспроизводи- мости (относительное зна- чение средне- квадратического отклонения вос- производимости при $n=1$), σ_R , %	Показатель воспроизводи- мости (относительное значение средне- квадратического отклонения вос- производимости при $n=2$), $\sigma_{R/2}$, %	Показатель точности (границы отно- сительной по- грешности при вероятности $P=0.95$ и $n=1$), $\pm \delta$, %	Показатель точности (границы от- носительной по- грешности при вероят- ности $P=0.95$ и $n=2$), $\pm \delta_{\bar{x}}$, %
от 0,1 до 0,5 включ.	8	16	15	33	30
св. 0,5 « 5 «	7	15	14	30	28
« 5 « 100 «	6	9	8	18	16
Примечание - n - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного резуль- тата измерений					

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критической разности при вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение до- пускаемого расхождения между двумя единичными результатами измерений, полученными в разных ла- бораториях при $n_1 = n_2 = 1$), R , %	Критическая разность (относительное значение допус- каемого расхождения между двумя средними арифметиче- скими результатами измерений, полученными в разных лабора- ториях при $n_1 = n_2 = 2$), $CD_{0,95}$, %
от 0,1 до 0,5 включ.	22	45	42
св. 0,5 « 5 «	20	42	39
« 5 « 100 «	17	25	22
Примечание - n_1 - количество результатов параллельных определений, полученных в первой лаборатории; n_2 - количест- во результатов параллельных определений, полученных во второй лаборатории.			

3 Контроль стабильности результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости и промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, организуют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ»

Кочергина

О.В.Кочергина

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