

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя

Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды



А. А. Соловьянов
А. А. Соловьянов

21 " *мая* 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

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

ПНД Ф 14.1:2.100-97

Методика допущена для целей государственного экологического
контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2004 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них величины химического потребления кислорода (ХПК) при содержании органических веществ, эквивалентном потреблению молекулярного кислорода в диапазоне от 4,0 до 80,0 мг/дм³ титриметрическим методом без концентрирования пробы.

При величине ХПК > 50 мг/дм³ определение следует проводить при соответствующем разбавлении пробы дистиллированной водой.

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

Мешающие влияния устраняют в соответствии с п. 10.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

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

3. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

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

Значения показателя точности методики используют при:

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

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа

ГОСТ 24104-2001

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа

ГОСТ 24104-2001

СО с аттестованным содержанием ХПК с погрешностью не более 1 % при $P = 0,95$

Колбы мерные, наливные
2-500-2

ГОСТ 1770

Пипетки градуированные
1(3)-1-2-1
1(3)-1-2-2

ГОСТ 29227

Пипетки с одной меткой
2-2-5
2-2-10
2-2-20
2-2-50

ГОСТ 29169

Бюретка
1-3-2-25-0,1

ГОСТ 29251

Цилиндры мерные или мензурки
1(3)-25
1(3)-50
1(3)-100
1(3)-250
1(3)-1000

ГОСТ 1770

4.2. Вспомогательные устройства

Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева ГОСТ 14919

Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130°C

Бани песчаные

Стаканчики для взвешивания (бюксы) ГОСТ 25336

СВ-14/18

Стаканы химические ГОСТ 25336

В-1-500 ХС

В-1-1000 ТХС

Колбы конические ГОСТ 25336

Кн-2-500-34 ТС

Капельница 2-50 ХС ГОСТ 25336

Эксикатор ГОСТ 9147

Капилляры стеклянные

Установки для определения ХПК в составе:

Колба К-1-250-29/32 ТС или колба Гр-250-29/32 ГОСТ 25336

Обратный холодильник ХПТ-2-400-29/32 ХС ГОСТ 25336

Воронка В-56-80 ХС ГОСТ 25336

Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ТУ-3616-001-32953279-97
ПВФ-47

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

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

4.3. Реактивы и материалы

Бихромат калия (калий двуххромовокислый) ГОСТ 4220

Соль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ГОСТ 4208

Сульфат серебра ТУ 6-09-3703

Сульфат ртути(II) ГОСТ 5588

Гидроксид натрия ГОСТ 4328

Серная кислота ГОСТ 4204

N-фенилантраниловая кислота или ТУ 6-09-3703

Ферроин $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{FeSO}_4$ или ТУ 6-09-1256

1,10-фенантролин моногидрат $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ или ТУ 6-09-05-90

1,10-фенантролин сульфат $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ТУ 6-09-05-90

Бумага индикаторная универсальная ТУ 6-09-1181

Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА ТУ6-55-221-1029-89
или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм)

или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» ТУ 6-09-1678

Вода дистиллированная ГОСТ 6709

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

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

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

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

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

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(22 \pm 6)^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84-106)$ кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°C ;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети (220 ± 22) В.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

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

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

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

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

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 100 см³.

8.4. Определение ХПК, особенно в загрязненных водах, следует проводить как можно скорее после отбора пробы. Допускается хранение пробы при температуре не выше 4°C не более суток при консервации добавлением раствора серной кислоты (1:2) из расчета 2 см³ на каждые 100 см³ пробы воды.

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

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

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Приготовление растворов и реактивов

9.1.1. Раствор бихромата калия с концентрацией 0,25 моль/дм³ эквивалента.

6,129 г бихромата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105°C, количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой темной склянке в течение 6 мес.

9.1.2. Раствор бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм³ эквивалента.

50 см³ раствора бихромата калия с концентрацией 0,25 моль/дм³ эквивалента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в склянке с притертой пробкой в темном месте не более 6 мес.

9.1.3. Раствор соли Мора с концентрацией 0,25 моль/дм³ эквивалента.

49,0 г соли Мора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде, осторожно добавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты и после охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 6 мес.

9.1.4. Раствор соли Мора с концентрацией 0,025 моль/дм³ эквивалента.

50 см³ раствора соли Мора с концентрацией 0,25 моль/дм³ эквивалента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой посуде не более 3 мес.

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

9.1.5. Раствор индикатора.

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

Для приготовления раствора N-фенилантраниловой кислоты 0,25 г реактива растворяют в 12 см³ раствора гидроксида натрия (для ускорения процесса раствор можно слегка подогреть) и разбавляют дистиллированной водой до 250 см³.

Для приготовления раствора ферроина 2,43 г индикатора растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

При приготовлении раствора ферроина на основе 1,10-фенантролина растворяют 0,980 г соли Мора (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O в 100 см³ дистиллированной воды, добавляют 2,085 г 1,10-фенантролина моногидрата или 2,93 г сульфата и перемешивают до растворения последнего.

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

9.1.6. Раствор гидроксида натрия, 0,4 %.

0,4 г NaOH растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 2 мес.

9.1.7. Раствор сульфата серебра.

5,0 г Ag₂SO₄ растворяют в 1 дм³ концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив в склянке из темного стекла в течение 6 мес.

9.2. Установление точной концентрации раствора соли Мора

Пипеткой вместимостью 10 см³ отбирают 10 см³ раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм³ эквивалента (п. 9.1.2), переносят в

коническую колбу, добавляют 180 см³ дистиллированной воды и 20 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения добавляют в пробу 3-4 капли индикатора ферроина или 10 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора с концентрацией 0,025 моль/дм³ эквивалента (п. 9.1.4) до перехода окраски из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Титрование повторяют и при отсутствии расхождения в объемах титранта более 0,05 см³ за результат принимают среднее значение. В противном случае повторяют титрование до получения результатов, отличающихся не более, чем на 0,05 см³.

Точную концентрацию раствора соли Мора находят по формуле:

$$C_M = \frac{C_6 \cdot V_6}{V_M},$$

где C_M - концентрация раствора соли Мора, моль/дм³ эквивалента;
 C_6 - концентрация раствора бихромата калия, моль/дм³ эквивалента;
 V_6 - объем раствора бихромата калия, взятый для титрования, см³;
 V_M - объем раствора соли Мора, пошедший на титрование см³.

10. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающее влияние хлоридов при концентрациях менее 300 мг/дм³ устраняется за счет присутствия в пробе катализатора (сульфата серебра). При больших содержаниях хлоридов к пробе добавляют сульфат ртути(II) из расчета 100 мг на 10 мг хлоридов.

Мешающее влияние сульфидов и соединений железа(II) устраняют предварительной продувкой пробы воды воздухом, если она не содержит летучих органических соединений, или учитывают при расчете ХПК. В последнем случае определяют их концентрации и пересчитывают на величины ХПК, исходя из того, что 1 мг H₂S и 1 мг Fe²⁺ эквивалентны соответственно 0,47 и 0,14 мг O₂. Таким же образом учитывают влияние нитритов (1 мг NO₂ эквивалентен 0,35 мг O₂).

11. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Выполнение измерений в водах с низкой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в пробе анализируемой воды составляет менее 300 мг/дм³, в колбу со шлифом установки для определения ХПК вносят с помощью пипетки 20 см³ воды (или аликвоту, доведенную

дистиллированной водой до 20 см³), добавляют 10,0 см³ раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм³ эквивалента (п. 9.1.2) и 30 см³ раствора сульфата серебра в концентрированной серной кислоте. Для равномерного кипения в колбу бросают 2-3 капилляра, присоединяют к ней обратный холодильник и кипятят содержимое на песчаной бане в течение 2 ч.

После охлаждения установки промывают холодильник дистиллированной водой (около 50 см³), отсоединяют его, добавляют в колбу, обмывая ее стенки, еще 50 см³ дистиллированной воды, вновь охлаждают, переносят пробу в коническую колбу, дважды споласкивая колбу, где кипятилась проба, дистиллированной водой (по 20-30 см³). Добавляют 3-4 капли раствора ферроина (или 10 капель раствора фенилантраниловой кислоты) и титруют избыток непрореагировавшего бихромата калия раствором соли Мора (п. 9.1.4) до перехода окраски индикатора из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Аналогичным образом проводят холостой опыт с 20 см³ дистиллированной воды.

11.2. Выполнение измерений в водах с высокой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в воде превышает 300 мг/дм³, к отобранной для анализа пробе (20 см³ или меньшей аликвоте, доведенной до 20 см³ дистиллированной водой) добавляют сульфат ртути из расчета 100 мг на каждые 10 мг содержащихся в пробе хлоридов и тщательно перемешивают. Далее выполняют определение, как описано в п. 11.1. Наличие небольшого количества осадка, образовавшегося после добавления сульфата ртути, не мешает определению.

12. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

где $V_{\text{мх}}$ - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в холостом опыте, см³;

$V_{\text{м}}$ - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в пробы воды, см³;

C_m - концентрация раствора соли Мора, моль/дм³ эквивалента;
 V - объем пробы воды, взятый для определения, см³;
 8,0 – масса миллиграмм-эквивалента кислорода, мг.

Если величина ХПК в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (80 мг/дм³), разбавляют пробу с таким расчетом, чтобы величина ХПК входила в регламентированный диапазон, и выполняют определение в соответствии с п. 11.2.

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

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

где X_V - величина ХПК в разбавленной пробе воды, мг/дм³;
 V_V - объем пробы воды после разбавления, см³;
 v - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см³;

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

Таблица 2

Значения предела воспроизводимости при вероятности $P=0,95$

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

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

13. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

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

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

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

Значение δ приведено в таблице 1.

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

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

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

при условии $\Delta_n < \Delta$,

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

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

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

14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

14.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_x = | X' - X - C_o |,$$

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

X - результат анализа величины ХПК в исходной пробе,

C_o - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_{л} = 0.84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \tag{1}$$

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

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

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

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = | X_x - C |$$

где X_x - результат анализа величины ХПК в образце для контроля,

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

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

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_n = 0.84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_n \leq K \quad (2)$$

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

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ
МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

«THE URALS RESEARCH
INSTITUTE FOR
METROLOGY»-
STATE SCIENTIFIC
METROLOGICAL CENTRE

620219, Екатеринбург,
ГСП-824,
ул. Красноармейская, 4, лаб. 224

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str.,
620219, GSP-824, Ekaterinburg,
Russia

Факс: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: paneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.02.134 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом,

разработанная ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.

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

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

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

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

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

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

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

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

4. Дата выдачи свидетельства 01.06.2004 г.

Срок действия до 01.06.2009 г.

Зам. директора по научной работе



И.Е.Добровинский



2218

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.02.102/2008

Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в пробах

наименование измеряемой величины, объекта

природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом,

и метода измерений

разработанная ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ.

по разработке методики выполнения измерений

теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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

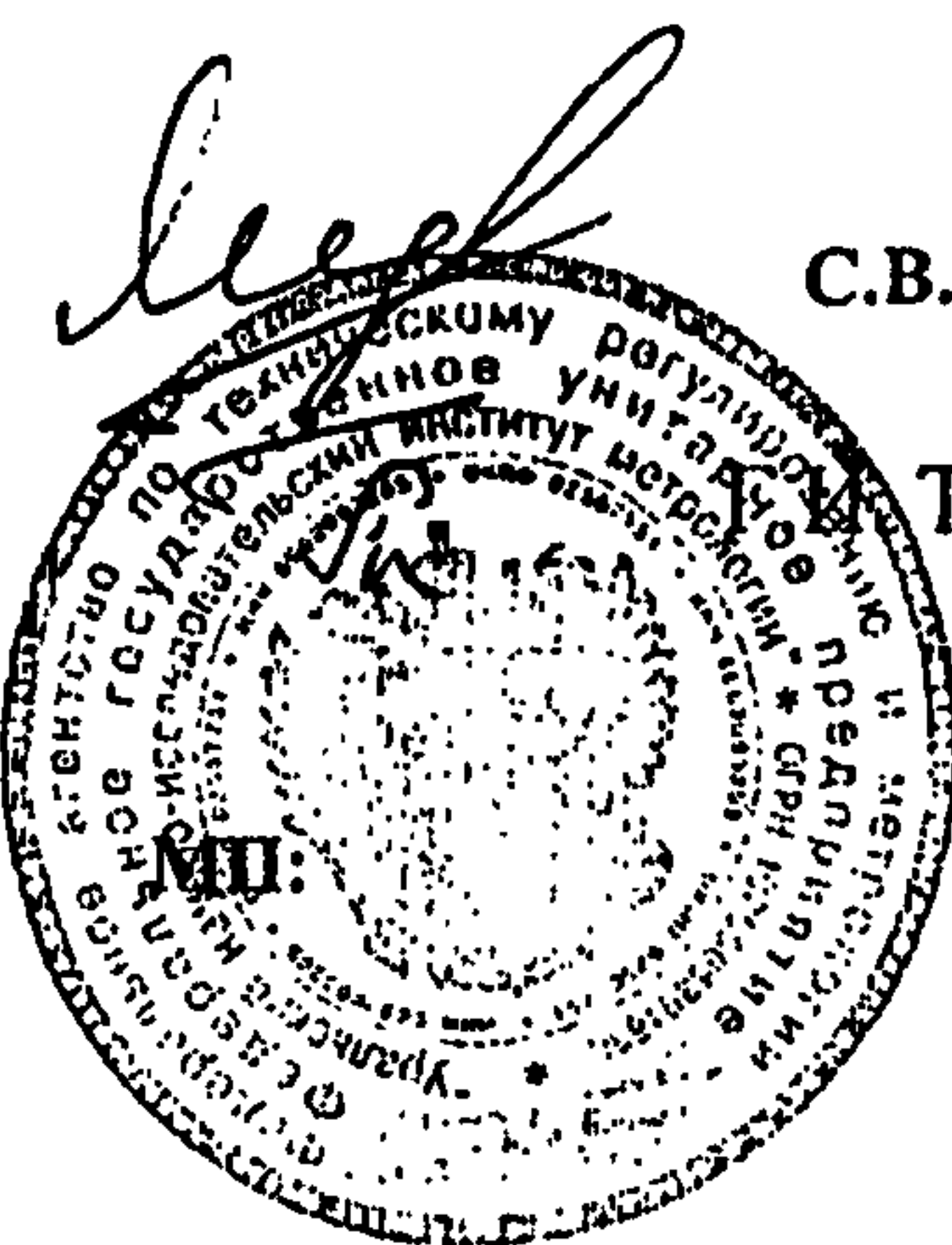
Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе

Зав. лабораторией

Дата выдачи: 27.10.2008 г.

Срок действия:



С.В. Медведевских

Терентьев

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

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости

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

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

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

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

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

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

Старший научный сотрудник
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ»

Погеринг

О.В. Кочергина

* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$