Общество с ограниченной ответственностью
Научно-производственное предприятие «Эксорб»
Центр химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ»

Методика измерений **НД 1.4 – 2008**

Методика (метод) измерений

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ В ПРОБАХ НЕОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Аттестована
ФБУ «Ивановский ЦСМ»

Регистрационный номер в Информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2013.15366

г. Екатеринбург, 2008
(издание 2013 г.)

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНА: Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственное предприятие «Эксорб» Центр химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ»

ИСПОЛНИТЕЛЬ: Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственное предприятие «Эксорб» Центр химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ»

620014 Россия, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта, 5, офис 218

тел. (343) 371-25-30, 371-56-61 факс (343) 371-20-20

Директор: Ремез Виктор Павлович.

СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА: Федеральным бюджетным учреждением «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Ивановской области» (ФБУ «Ивановский ЦСМ»)

Номер и дата выдачи аттестата аккредитации 01.00259-2008 от 24.12.2008

Свидетельство об аттестации методики измерений 18/145-01.00259-2008/2013 от 19.02.2013

153000, г. Иваново, ул. Почтовая, д.31/42, тел./факс (4932)41-60-79

Директор: Кудрявцев Дмитрий Иванович

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный код методики измерений по Федеральному реестру

ФР.1.31.2013.15366

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой концентрации взвешенных веществ в пробах неочищенных сточных вод гравиметрическим методом.

Диапазон измерений от 12 до 1500 мг/дм^3.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Приписанные характеристики погрешности методики измерений и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, мг/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, мг/дм^3
от 12 до 25 вкл.	1,1	1,5	3,0
св.25 до1500 вкл.	$0{,}05\overline{X}$	$0{,}06\overline{\overline{X}}$	$0{,}12\overline{X}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации взвешенных веществ.

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях.

3 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике измерений использованы ссылки на следующие документы по стандартизации и/или классификаторы:

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

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

ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»

ГОСТ 7328-2001 «Гири. Общие технические условия»

ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»

ГОСТ 23932-79 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия»

ТУ 6-09-1678-95 «Фильтры обеззоленные(белая, красная, синяя ленты)»

ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия»

ГОСТ 450-77 «Кальций хлористый технический. Технические условия»

ГОСТ 3956 -76 «Селикагель технический. Технические условия». С Изм.№1.

ГОСТ 12.4.021-75 «ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования»

ГОСТ 12.1.004-91 «ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования».

ГОСТ 12.4.009-83 «ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание»

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

ГОСТ 12.1.019-79 «ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»

ГОСТ 12.0.004-90 «ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения»

Примечание: При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (и классификаторов) на территории Российской Федерации по соответствующему указателю

стандартов (и классификаторов), составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод гравиметрический, основан на отделении взвешенных веществ путем фильтрования пробы через бумажный фильтр, последующем высушивании осадка при температуре 105 °С и взвешивании.

5 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, МАТЕРИАЛАМ И РЕАКТИВАМ

- Весы лабораторные специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228-08.
- Мензурка 250 по ГОСТ 1770-74.
- Набор гирь от 1 до 100 г F_1 по ГОСТ 7328-2001.
- Воронка Бюхнера по ГОСТ 25336-82.
- Колба Бунзена по ГОСТ 25336-82.
- Мешалка магнитная ММ-3.
- Насос водоструйный лабораторный по ГОСТ 25336-82.
- Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (105±10) °С.
- Стаканчик для взвешивания (бюкса) по ГОСТ 23932-79.

- Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86 диаметром 9 или 11 см.

- Эксикатор по ГОСТ 25336-82, заполненный силикагелем или хлористым кальцием.

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

- Кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450-77, прокаленный при температуре (250±50) °С.

-Силикагель по ГОСТ 3956 -76, высушенный при температуре(180±30) °С.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Лабораторные помещения, в которых проводится работа, должны:

- быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75;

- соответствовать требованием пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91;

- иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Анализ должен выполняться с соблюдением основных правил безопасной работы в химических лабораториях:

- при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76;

- при работе с электрооборудованием и электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

Организация обучения сотрудников безопасности труда должна соответствовать ГОСТ 12.0.004-90.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе практического обучения и уложившегося в нормативы контроля при проведении процедур контроля.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха (25±5) С;
- относительная влажность воздуха в помещении лаборатории не более 80 %;
- атмосферное давление (750±50) мм рт. ст.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб сточной воды производится согласно ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ПНД Ф 12.15.1-08 «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод».

9.2 Пробы помещают в стеклянную или полиэтиленовую посуду с плотно закрывающейся крышкой, предварительно ополоснутую отбираемой водой.

9.3 Пробу не консервируют. Анализ выполняют в течение 1-2 суток.

9.4 Пробу хранят при комнатной температуре в течение 1-2 суток.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка фильтров

Фильтры предварительно промывают горячей водой и помещают в бюксы. Бюксы вместе с крышками ставят в сушильный шкаф и высушивают в течение 2 часов при температуре (105±10) °С.

После этого закрывают бюксы крышками, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторное высушивание производят в течение 1 часа до достижения постоянной массы.

10.2 Подготовка пробы

Анализируемую пробу перемешивают с помощью магнитной мешалки не менее 15 мин.

Затем также при перемешивании отбирают в мензурки 100-200 $см^3$ пробы, в зависимости от предполагаемого содержания взвешенных веществ.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Вкладывают подготовленный взвешенный фильтр в воронку Бюхнера и фильтруют через него отобранный объем пробы.

Ополаскивают мензурку несколько раз небольшими порциями фильтрата и промывают фильтр 1-2 $см^3$ дистиллированной воды.

Затем фильтр с осадком переносят в бюксу и сушат в сушильном шкафу в течение 2 часов при (105±10) °С.

После этого бюксу вынимают, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторные высушивания производят в течение 1 часа до достижения постоянной массы.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию взвешенных веществ (X) в $мг/дм^3$ вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где m_1 – масса бюксы и фильтра с осадком после высушивания, г;

m_2 – масса бюксы и фильтра без осадка, г;

V – объем анализируемой пробы, взятый для анализа, $см^3$.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми при доверительной вероятности P =0,95 не должно превышать величины предела повторяемости (r).

При превышении предела повторяемости (r) получают еще один результат определения. Если при этом размах (X_{max} -X_{min}) трех результатов параллельных определений равен или меньше r^*, то в качестве результата измерений принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений. Если размах (X_{max} -X_{min}) больше r^*, то в качестве результата измерений принимают медиану трех результатов параллельных определений.

Значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений, $мг/дм^3$	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, $мг/дм^3$	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений, r^*, $мг/дм^3$
от 12 до 25 вкл.	3,0	3,6
св.25 до 1500 вкл.	$0,14\overline{X}$	$0,17\overline{X}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации взвешенных веществ.

Для оценки приемлемости результатов измерений, полученных в двух лабораториях, рассчитывают величину

$$R_k = \left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right|,$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ – результаты измерений массовой концентрации взвешенных веществ, полученные в разных лабораториях, $мг/дм^3$.

Если $R_к \leq R$, где R – предел воспроизводимости для двух результатов измерений, то в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение.

При превышении значения предела воспроизводимости используют методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, мг/дм^3
от 12 до 25 вкл.	4,2
св.25 до 1500 вкл.	$0{,}17\overline{\overline{X}}$

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений массовой концентрации взвешенных веществ, полученных в разных лабораториях.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений ($\overline{X}$) в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где Δ- характеристика погрешности (показатель точности) результата измерений для данного значения массовой концентрации определяемого компонента, мг/дм^3.

Значения показателя точности при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 1.

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

Значения показателя точности при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 1.

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

$$(\overline{X} \pm \Delta_л)\ мг/дм^3, \quad P = 0{,}95;\ при\ условии\ \Delta_л < \Delta,$$

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

Численные значения результата измерений и характеристики погрешности должны оканчиваться цифрой одного и того же разряда.

14 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений на основе оценки внутрилабораторной прецизионности.
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности).

Оперативный контроль процедуры измерений на основе оценки внутрилабораторной прецизионности проводят путем сравнения результата измерений отдельно взятой контрольной процедуры ($R_{к,л}$) с нормативом контроля ($R_л$).

Средствами контроля являются представительные пробы сточной воды.

Для оценки внутрилабораторной прецизионности выполняют основное и повторное контрольное измерение одной и той же рабочей пробы в условиях внутрилабораторной прецизионности (в разное время и (или) двумя

исполнителями, с использованием различных экземпляров средств измерений).

Рассчитывают величину

$$R_{к,л} = \left| \overline{X}_1^{/} - \overline{X}_2^{/} \right|,$$

где $\overline{X}_1^{/}$ и $\overline{X}_2^{/}$ – первичный и повторный результаты измерений рабочей пробы.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия $R_{к,л} \leq R_{л}$,

где $R_{л}$ - предел внутрилабораторной прецизионности для двух результатов измерений.

При превышении норматива контроля контрольную процедуру повторяют.

При повторном невыполнении условия $R_{к,л} \leq R_{л}$, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Периодичность оперативного контроля процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются Руководством по качеству лаборатории.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В ИВАНОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
153000, г. Иваново, ул. Почтовая, д. 31/42.
Телефон (4932) 32-84-85, факс (4932) 41-60-79. E-mail: post@csm.ivanovo.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 18/145-01.00259-2008/2013

об аттестации методики (метода) измерений

Методика (метод) измерений массовой концентрации взвешенных веществ в пробах неочищенных сточных вод, разработанная ООО НПП «Эксорб» Центром химико-аналитических испытаний «ЭКСОРБ» (г. Екатеринбург)

и регламентированная в документе **НД 1.4-2008 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовой концентрации взвешенных веществ в пробах неочищенных сточных вод гравиметрическим методом»** (2013 г., стр.15),

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений и ее экспериментального исследования.

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, представленными на оборотной стороне свидетельства

Заместитель директора **Н.А. Дегтярев**

Дата выдачи **19.02.2013 г.**

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

1 Диапазон измерений, значение пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости, r, мг/дм^3	Предел воспроизводимости, R, мг/дм^3
от 12 до 25 вкл.	3,0	4,2
св.25 до 1500 вкл.	$0,14\overline{X}$	$0,17\overline{X}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости;

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях.

2 Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, мг/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\pm\Delta$, мг/дм^3
от 12 до 25 вкл.	1,1	1,5	3,0
св.25 до 1500 вкл.	$0,05\overline{X}$	$0,06\overline{X}$	$0,12\overline{X}$

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 промежуточной прецизионности).

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

Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

Ключевые слова:

массовая концентрация взвешенных веществ, гравиметрический метод

Утверждена «19» февраля 2013 г.

Руководитель

предприятия-разработчика

Директор

ООО НПП «Эксорб»

В.П. Ремез

«19» февраля 2013 г.

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Экземпляр № 14

СПб ОУ "Эколого-аналитический информационный центр-СОЮЗ"

Отпечатано ООО НПП «Эксорб»

620014, Россия, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта 5, оф. 218.