

ДЕРЖАВНА ЕКОЛОГІЧНА ІНСПЕКЦІЯ УКРАЇНИ

ВОДИ ЗВОРОТНІ, ПОВЕРХНЕВІ, ПІДЗЕМНІ
Методика виконання вимірювань масової концентрації
нафтопродуктів методом інфрачервоної спектрофотометрії

МВВ № 081/12-0877-13

Київ – 2014

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут екологічних проблем Мінприроди України

РОЗРОБНИКИ: О. Калініченко (керівник розробки), Г. Черевик

2 АТЕСТОВАНО: Державне підприємство “Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів (Укрметртестстандарт)” Мінекономрозвитку України (свідоцтво про атестацію МВВ № 081/12-0877-13 від 12.12.2013 р.)

3 ВНЕСЕНО: Державна екологічна інспекція України

4 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: Наказ Держекоінспекції України № 1 від 08.01.2014 р.

© Цей нормативний документ не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований або розповсюджений без дозволу Держекоінспекції України

1 ГАЛУЗЬ ВИКОРИСТАННЯ

Цей документ встановлює методику виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах зворотних, поверхневих та підземних вод методом інфрачервоної спектрофотометрії (далі – МВВ).

МВВ призначена для підрозділів інструментально-лабораторного контролю Державної екологічної інспекції України та її територіальних органів з метою виконання вимірювань у сфері поширення державного метрологічного контролю та нагляду, а саме контролю стану навколишнього природного середовища.

Діапазон вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод становить від $0,025 \text{ мг/дм}^3$ до 1000 мг/дм^3 включно.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОХИБКИ ВИМІРЮВАНЬ

МВВ забезпечує виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах зворотних, поверхневих та підземних вод із границями сумарної відносної похибки ($\pm \delta$), значення яких за довірчої ймовірності $P = 0,95$ для одиночного результату, $n = 1$,

у діапазоні від $0,025 \text{ мг/дм}^3$ до $0,5 \text{ мг/дм}^3$ включно не перевищують 50 %,

у діапазоні понад $0,5 \text{ мг/дм}^3$ до 1000 мг/дм^3 включно не перевищують 28 %, що відповідає вимогам ДСТУ ГОСТ 27384.

3 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ, РЕАКТИВИ ТА МАТЕРІАЛИ

3.1 Засоби вимірювальної техніки

3.1.1. Аналізатор вмісту нафтопродуктів АН-1, АН-2, аналізатор вмісту нафтопродуктів і жирів КН-2, КН-2м, укомплектований кюветою з довжиною оптичного шляху 40 мм, яка представляє собою металевий циліндричний корпус з кварцовими круглими пластинами – вікнами кювети. На корпусі кювети закріплені дві трубки із фторопластовими заглушками – одна для заливання аналізованого розчину, друга – для виходу повітря із кювети.

Діапазон вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у вуглеці чотирихлористому – від 2 мг/дм^3 до 100 мг/дм^3 , межа допустимого значення основної абсолютної похибки вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у вуглеці чотирихлористому $\pm 2 \text{ мг/дм}^3$.

3.1.2 Ваги лабораторні загального призначення 2 класу з найбільшою межею зважування 200 г – згідно з ГОСТ 24104

3.1.2.1 Набір гир 1 г – 100 г класу точності F_1 – згідно з OIML R 111-1

3.1.3 Міждержавний стандартний зразок складу розчину нафтопродуктів МСО 0045:1998 (ДСЗУ 022.22-96) з атестованим значенням масової концентрації нафтопродуктів $50,00 \text{ мг/см}^3$ (відносна сумарна похибка атестованого значення МСО не перевищує 1,0 % за довірчої ймовірності 0,95;

МВВ 081/12-0877-13

МСО являє собою розчин суміші вуглеводнів: ізооктану – 37,5 %, гексадекану – 37,5 %, бензолу – 25 % у чотирьохлористому вуглеці)

3.1.4 Колби мірні 2-25-2, 2-100-2, 2-200-2 – згідно з ГОСТ 1770

3.1.5 Піпетки з однією позначкою 2-2-2, 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25 – згідно з ГОСТ 29169

3.1.6 Піпетки градуйовані 3-2-2-10 – згідно з ГОСТ 29227

3.1.7 Циліндри 1-10, 1-100, 1-500, 1-1000 – згідно з ГОСТ 1770

3.1.8 Пробірки градуйовані П-2-10-14/23 ХС, П-2-25-ХС – згідно з ГОСТ 1770

3.1.9 Годинник пісочний на 2 хв, 3 хв – згідно з ТУ У 33.5-14307481-030

3.2 Реактиви

3.2.1 Вуглець чотирьохлористий, CCl_4 , х.ч. – згідно з ГОСТ 20288, або вуглець чотирьохлористий, х.ч., для спектроскопії – згідно з ТУ 6-09-06-885

3.2.2 Алюмінію оксид, Al_2O_3 , ч., для хроматографії – згідно з ТУ 6-09-3916

3.2.3 Натрій сірчаноокислий (безводний), Na_2SO_4 , х.ч. або ч.д.а – згідно з ГОСТ 4166

3.2.4 Кислота сірчана, H_2SO_4 , ($\rho = 1,84$ г/дм³), х.ч. – згідно з ГОСТ 4204

3.2.5 Вода здистильована – згідно з ГОСТ 6709

3.2.6 Скловолокно БВ-6 – згідно з ГОСТ 10727 або вата медична гіроскопічна (очна або гігієнічна, вироблена виключно із хлопкового волокна) – згідно з ГОСТ 5556

3.2.7 Кислота азотна, HNO_3 , ($\rho = 1,35$ г/дм³), х.ч. – згідно з ГОСТ 4461

3.3 Лабораторний посуд та матеріали

3.3.1 Стаканчики для зважування (бюкси) СВ-19/9 – згідно з ГОСТ 25336

3.3.2 Стакани В-1-250 ТС – згідно з ГОСТ 25336

3.3.3 Екстрактор, що входить до комплекта аналізатора АН-2 або лійки ділильні ВД-3-250 ХС, ВД-3-500 ХС, ВД-3-1000 ХС, ВД-3-2000 ХС – згідно з ГОСТ 25336

3.3.4 Колби K_n -1-50-29/32 ТС, K_n -1-100-29/32 ТС, K_n -1-1000-29/32 ТС – згідно з ГОСТ 25336

3.3.5 Колонки хроматографічні, що входить до комплекта аналізатора АН-2 або бюретки з тefлоновим краном, 1-2-10-0,05 – згідно з ГОСТ 29252

3.3.6 Чашки випарні 3 – згідно з ГОСТ 9147

3.3.7 Фільтри незолені «синя стрічка» – згідно з ТУ 6-09-1678

3.3.8 Палички скляні довжиною від 12 см до 15 см

3.3.9 Шпатель

3.3.10 Ексикатор 2-250 – згідно з ГОСТ 25336

3.3.11 Лійки В-25-38 – згідно з ГОСТ 25336

3.3.12 Бутлі зі скла місткістю 50 см³, 500 см³, 1000 см³ з пробками для відбору і зберігання проб

3.3.13 Установка із скла для перегонки розчинників, яка складається з:

3.3.13.1 Круглодонна колба К-1-1000-29/32 ТС – згідно з ГОСТ 25336

3.3.13.2 Дефлегматор ялинковий 350-19/26-29/32 ТС – згідно з ГОСТ 25336

3.3.13.3 Насадка Н1-19/26-14/23 ТС – згідно з ГОСТ 25336

3.3.13.4 Холодильник ХПТ-1-200-14/23 ХС – згідно з ГОСТ 25336

- 3.3.13.5 Алонж АИ-14/23-60 – згідно з ГОСТ 25336
- 3.3.14 Термометр лабораторний з діапазоном вимірювання температур від 0 °С до +100 °С – згідно з ГОСТ 29224
- 3.3.15 Плівка політетрафторетиленова (тефлонова)
- 3.4 Допоміжне обладнання
- 3.4.1 Шафа сушильна загальнолабораторна, яка забезпечує підтримання температури від 105 °С до 110 °С – згідно з ГОСТ 14919
- 3.4.2 Піч муфельна ПМ-8 (або аналогічна), яка забезпечує підтримання температури від 400 °С до 900 °С – згідно з ТУ 79-337
- 3.4.3 Штатив для бюреток, які використовуються у якості хроматографічних колонок
- 3.4.4 Сито з діаметром отворів 0,1 мм
- 3.4.5 Штатив для пробірок
- 3.4.6 Штатив для ділильних лійок
- 3.4.7 Флакони скляні з пришліфованими пробками для зберігання розчинів і екстрактів місткістю 50 см³, 100 см³ і 200 см³
- 3.4.8 Холодильник побутовий будь-якої марки
- 3.4.9 Склянки з темного скла місткістю 1 дм³ для зберігання розчинників
- 3.4.10 Щипці тигельні

Допускається застосовувати інші засоби вимірювальної техніки з метрологічними характеристиками та допоміжні пристрої, реактиви і матеріали з показниками якості не нижчими за встановлені цією МВВ.

Усі засоби вимірювальної техніки мають бути повірені або атестовані в установленому порядку.

4 МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ

Масову концентрацію нафтопродуктів вимірюють з використанням аналізатора вмісту нафтопродуктів АН-1, АН-2, або аналізатора вмісту нафтопродуктів і жирів КН-2 або КН-2м, в основу роботи яких покладений фотометричний метод визначення нафтопродуктів та жирів у інфрачервоній ділянці спектра. У відповідності з цим методом двохканальним спектрофотометром вимірюють різницю оптичних густин розчину нафтопродуктів у чотирихлористому вуглеці на двох довжинах хвиль. У першому (вимірювальному) каналі використовується спектральна ділянка випромінювання (2930 ± 70) см⁻¹ (3,42 мкм), яка відповідає ділянці поглинання СН-зв'язків у СН₂- і СН₃-групах аліфатичних, аlicyclic вуглеводнів і бокових ланцюгів ароматичних вуглеводнів і СН-групах ароматичного кільця. У другому (опорному) каналі використовується спектральна ділянка (3,0 мкм), на якій вуглеводні не поглинають ІЧ-випромінювання. Наявність опорного каналу дозволяє виділити ослаблення світлового потоку, яке залежить тільки від концентрації визначуваної речовини у вуглеці чотирихлористому.

Метод вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у зворотних, поверхневих та підземних водах ґрунтується на вилученні емульгованих і розчинених нафтопродуктів із проби води екстракцією чотирихлористим

вуглецем, хроматографічному відділенні нафтопродуктів від сполук інших класів на колонці з алюмінію оксидом. У одержаному елюаті фотометричним методом визначають масову концентрацію нафтопродуктів за інтенсивністю поглинання С-Н зв'язків метиленових (-CH₂-) і метильних (-CH₃) груп в інфрачервоній області спектра ($\lambda = 2930 \text{ см}^{-1}$ або 3,42 мкм).

Розрахунковим методом встановлюють масову концентрацію нафтопродуктів у аналізованій пробі води.

5 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

5.1 Під час виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів дотримуються НПАОП 73.1-1.11 «Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях» та вимог, що встановлені інструкцією з охорони праці в хімічній лабораторії, яка розроблена відповідно до чинних в Україні нормативних документів з охорони праці та техніки безпеки, затвердженою в установленому порядку, і містить розділи з пожежної безпеки, електробезпеки та безпеки при роботі з хімічними та токсичними речовинами, легкозаймистими речовинами та концентрованими кислотами та лугами.

5.2 Вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимі концентрації, встановлені ГОСТ 12.1.005.

5.3 Лабораторне приміщення повинно бути обладнане припливно-втяжною вентиляцією з відповідною кратністю обміну повітря.

5.4 Зливи вуглецю чотирьохлористого, а також невикористані розчини нафтопродуктів забороняється виливати в каналізацію. Їх збирають у спеціальну тару і утилізують згідно з чинними правилами. Роботи з вуглецем чотирьохлористим проводять у гумових рукавичках.

6 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРІВ

До виконання вимірювань і оброблення їх результатів допускаються фахівці, які пройшли інструктаж з охорони праці та допущені до роботи в установленому в організації порядку.

7 УМОВИ ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

При виконанні вимірювань дотримуються таких умов:

- температура повітря в приміщенні (20 ± 5) °С;
- атмосферний тиск від 630 мм рт.ст. до 800 мм рт.ст.;
- відносна вологість повітря (за температури 25 °С) не більше 80 %;
- напруга в електричній мережі (220 ± 20) В за частоти струму (50 ± 1) Гц.

8 ПІДГОТОВКА ДО ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

При підготовці до виконання вимірювань масової концентрації

нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод виконують:

- підготовку посуду;
- підготовку реактивів і приготування розчинів;
- підготовка хроматографічних колонок;
- приготування калібрувальних розчинів;
- приготування розчинів для контролю похибки вимірювань;
- підготовку до роботи аналізатора;
- калібрування аналізатора;
- відбір та консервування проб;
- пробопідготовку.

8.1 Підготовка посуду

При виконанні вимірювань масової концентрації нафтопродуктів ретельно мийуть хімічний посуд, призначений для даного аналізу. Для миття хімічного посуду використовують концентровану кислоту сірчану за 3.2.4 або кислоту азотну за 3.2.7. Після миття кислотою посуд ретельно промивають водопровідною водою і споліскують водою здистильованою. Посуд висушують у шафі сушильній за 3.4.1.

Забороняється використовувати для миття всі види синтетичних миючих засобів. Рекомендується мати окремий набір посуду, який використовують тільки для визначення нафтопродуктів. Категорично забороняється змазувати шліфи і крани ділительних лійок усіма видами мастил.

8.2. Підготовка реактивів і приготування розчинів

8.2.1 Підготовка вуглецю чотирихлористого

8.2.1.1 Перевіряють чистоту кожної партії вуглецю чотирихлористого відповідно до керівництва з експлуатації аналізатора АН-2.

Вміщують пусту кювету у кюветний відсік. Натискають кнопку “Нуль” і утримують її у натиснутому положенні (1-2) с. Виймають кювету із кюветного відсіка, заливають у неї вуглець чотирихлористий і знову встановлюють кювету у кюветний відсік.

На цифровому табло встановиться цифровий показ, який характеризує чистоту вуглецю чотирихлористого. Якщо цифровий показ не перевищує 30 мг/дм³, чотирихлористий вуглець придатний до роботи.

8.2.1.2 У протилежному випадку виконують очистку розчинника в такий спосіб.

У лійку ділительну за 3.3.3 місткістю 1 дм³ циліндром за 3.1.7 вміщують 400 см³ вуглецю чотирихлористого, додають 500 см³ очищеної води здистильованої за 8.2.7 і перемішують 3 хв за пісочним годинником за 3.1.9. Шар вуглецю чотирихлористого зливають у колбу за 3.3.4. Процедуру повторюють з новою порцією води здистильованої. До промитого вуглецю чотирихлористого додають приблизно 10 г безводного натрію сірчанокислого за 8.2.3. Суміш витримують 15 хв, періодично перемішують.

Зневоднений вуглець чотирихлористий декантують у чисту склянку і перевіряють його чистоту за 8.2.1.1. Якщо цифровий показ не перевищує 30 мг/дм³, чотирихлористий вуглець придатний до роботи.

8.2.1.3 У протилежному випадку розчинник переносять у перегонну колбу

і переганяють у температурному інтервалі від 76 °С до 78 °С. Окремо збирають першу порцію відгону об'ємом 50 см³, яку потім відкидають. У перегонній колбі залишають близько 50 см³ вуглецю чотирихлористого.

Вуглець чотирихлористий придатний до застосування при зберіганні у закритій кришкою склянці з темного скла в умовах лабораторії до підвищення значення холостого вимірювання.

8.2.1.4 Для приготування калібрувальних розчинів за 8.4 та розведення елюату за 9.3 використовують вуглець чотирихлористий, додатково пропущений крізь колонку з алюмінію оксидом.

8.2.2 Підготовка алюмінію оксиду 2-го ступеню активності

Алюмінію оксид за 3.2.2 просіюють крізь сито за 3.4.4 і використовують просіяну фракцію. Оксид алюмінію переносять у фарфорову чашку за 3.3.6 і вміщують у піч муфельну за 3.4.2. Прожарюють алюмінію оксид за температури 600 °С протягом 4-х год, вимикають піч. Після охолодження у муфельній печі приблизно до 150 °С чашку з оксидом алюмінію вміщують у ексікатор за 3.3.10 і охолоджують до кімнатної температури.

Якщо при прожарюванні оксид алюмінію набуває жовтого кольору – він непридатний до використання.

Оксид алюмінію придатний до застосування при зберіганні у закритій кришкою склянці в умовах лабораторії протягом 1 місяця.

Перед використанням необхідну кількість підготовленого оксиду алюмінію зважують у бюксі за 3.3.1, додають 3 % (по масі) води здистильованої, бюкс щільно закривають, струшують декілька хвилин і витримують протягом 1 доби за кімнатної температури.

8.2.3. Підготовка безводного натрію сірчаноокислого

Перед використанням безводний натрій сірчаноокислий за 3.2.3 прожарюють у муфельній печі за 3.4.2 за температури (400 ± 10) °С протягом 8 год, охолоджують і зберігають у ексікаторі за 3.3.10.

Натрій сірчаноокислий придатний до застосування при зберіганні у закритій кришкою склянці в ексікаторі за 3.3.10 протягом 1 місяця.

8.2.4 Приготування кислоти сірчаної за об'ємом 1:1

У стакан за 3.3.2 місткістю 250 см³ циліндром за 3.1.7 відміряють 100 см³ води здистильованої за 8.2.7. Циліндром за 3.1.7 відміряють 100 см³ кислоти сірчаної за 3.2.4 і маленькими порціями додають її до води здистильованої по склянній паличці. Розчин перемішують і залишають для охолодження.

Розчин придатний до застосування у разі зберігання в закритій кришкою склянці в умовах лабораторії протягом 1 року.

8.2.5 Підготовка скловолокна

Скловолокно вміщують у стакан за 3.3.2 місткістю 250 см³, заливають кислотою сірчаною за 8.2.4 на 12 год. Якщо розчин набуває зеленого кольору, його зливають і додають нову порцію свіжої кислоти сірчаної за 8.2.4. Через 1 год кислоту сірчану зливають, скловолокно промивають водопровідною водою (10-15) разів, споліскують водою здистильованою і висушують.

Скловолокно придатне до застосування у разі зберігання в закритій склянці в умовах лабораторії необмежений час.

Примітка 1. Допускається використання вати медичної гігроскопічної за 3.2.6 (очної або гігієнічної, виробленої виключно із хлопкового волокна!). Перед використанням вату ретельно промивають вуглемцем чотирьохлористим, підготовленим за 8.2.1, і висушують за кімнатної температури.

8.2.6 Підготовка і перевірка чистоти хроматографічних колонок

8.2.6.1 Підготовка хроматографічних колонок

У якості хроматографічної колонки можна використовувати бюретку за 3.3.5 місткістю 10 см^3 з тефлоновим краном. Вкладають пробку із скловолокна або скловати, підготовленої за 8.2.5, близько до нижнього кінця бюретки за (1 – 2) см до крану. До широкої частини колонки засипають крізь лійку ($6,0 \pm 0,1$) г алюмінію оксиду за 8.2.2. Алюмінію оксид всипають у колонку, злегка постукуючи по колонці, щоб запобігти утворенню порожнин. Зверху в колонку засипають натрій сірчаноокислий за 8.2.3 шаром висотою 1 см, підставляють чистий стаканчик для збору розчинника.

8.2.6.2 Перевірка чистоти колонки

В окрему підготовлену колонку за 8.2.6.1 заливають 4 см^3 чистого вуглецю чотирьохлористого. В одержаному елюаті вимірюють масову концентрацію нафтопродуктів. Колонка вважається чистою, якщо приріст масової концентрації нафтопродуктів у порівнянні з чистим вуглецем чотирьохлористим складає не більше, ніж $1,5 \text{ мг/дм}^3$. У противному випадку повторюють промивання колонки новою порцією розчинника до одержання потрібного результату.

Перевірку чистоти колонки проводять кожний раз при заміні партії алюмінію оксиду.

Оксид алюмінію використовують у колонці однократно.

8.2.7 Підготовка очищеної води здистильованої

Циліндром за 3.1.7 відміряють 1 дм^3 води здистильованої, вміщують у лійку ділильну за 3.3.3, додають 20 см^3 вуглецю чотирьохлористого за 3.2.1 і проводять екстракцію протягом 2 хв за пісочним годинником за 3.1.9.

Вода здистильована придатна до застосування у разі зберігання в закритій склянці в умовах лабораторії протягом 3 місяців.

8.3 Підготовка аналізатора вмісту нафтопродуктів до роботи

Підготовку аналізатора вмісту нафтопродуктів до роботи та його використання проводять відповідно до керівництва з експлуатації.

8.4 Приготування калібрувальних розчинів

8.4.1 Приготування вихідного розчину з масовою концентрацією нафтопродуктів 1000 мг/дм^3

Піпеткою за 3.1.5 відміряють 2 см^3 розчину МСО 0045:1998 за 3.1.3, переносять у колбу мірну за 3.1.4 місткістю 100 см^3 , доводять об'єм розчину до позначки вуглецем чотирьохлористим за 8.2.1, ретельно перемішують.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у склянці з пришліфованою пробкою у холодильнику за температури (5 ± 1) °С протягом 6 місяців.

Перед використанням розчин витримують за кімнатної температури не менше ніж 30 хв.

8.4.2 Приготування робочого розчину з масовою концентрацією нафтопродуктів 100 мг/дм³

Піпеткою за 3.1.5 відміряють 20 см³ вихідного розчину за 8.4.1, переносять у колбу мірну за 3.1.4 місткістю 200 см³, доводять об'єм розчину до позначки вуглицем чотирехлористим за 8.2.1, ретельно перемішують.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у склянці з пришліфованою пробкою у холодильнику за температури (5 ± 1) °С протягом 1 місяця.

Перед використанням розчин витримують за кімнатної температури не менше ніж 30 хв.

8.5 Приготування розчинів для контролю похибки вимірювань

8.5.1 Приготування вихідного контрольного розчину з масовою концентрацією нафтопродуктів 1000 мг/дм³

Вихідний контрольний розчин з масовою концентрацією нафтопродуктів 1000 мг/дм³ готують за процедурою 8.4.1, при цьому використовують МСО 0045:1998 за 3.1.3 іншої партії.

8.5.2 Приготування робочого контрольного розчину з масовою концентрацією нафтопродуктів 100 мг/дм³

Робочий контрольний розчин з масовою концентрацією нафтопродуктів 100 мг/дм³ готують за процедурою 8.4.2, при цьому використовують вихідний контрольний розчин за 8.5.1.

8.5.3 Приготування контрольних зразків

У колби мірні за 3.1.4 місткістю 100 см³ відповідними піпетками за 3.1.5 або 3.1.6 відміряють необхідні (за таблицею 1) об'єми вихідного контрольного розчину з масовою концентрацією нафтопродуктів 1000 мг/дм³ за 8.5.1 або робочого контрольного розчину з масовою концентрацією нафтопродуктів 100 мг/дм³ за 8.5.2 і доводять об'єми до позначки вуглицем чотирехлористим, ретельно перемішують.

Відомості про необхідні піпетки, об'єми вихідного контрольного розчину за 8.5.1 або робочого контрольного розчину за 8.5.2 для приготування контрольних зразків та масову концентрацію нафтопродуктів у цих контрольних зразках наведено в таблиці 1.

У якості контрольного зразка № 6 використовують робочий контрольний розчин за 8.5.2 з масовою концентрацією нафтопродуктів 100 мг/дм³.

Розчини придатні до застосування у разі зберігання в закритих склянках у холодильнику за температури (5 ± 1) °С протягом 1 місяця.

Перед використанням розчини витримують за кімнатної температури не менше ніж 30 хв.

Таблиця 1 – Відомості про контрольні зразки

Номер контроль-ного зразка	Об'єм вихідного контрольного розчину за 8.5.1 або робочого контрольного розчину за 8.5.2, см ³		Номінальна місткість піпетки для додавання вихідного контрольного розчину за 8.5.1 або робочого контрольного розчину за 8.5.2, см ³		Масова концентрація нафтопродуктів у контрольному зразку, ρ, мг/дм ³
	за 8.5.2	за 8.5.1	за 3.1.5	за 3.1.6	
1	5	–	5	–	5
2	10	–	10	–	10
3	25	–	25	–	25
4	–	5	5	–	50
5	–	7,5	–	10	75

8.6 Калібрування аналізатора

8.6.1 Кнопкою “Діапазон” встановлюють положення 100 мг/дм³.

Споліскують кювету трічі вуглицем чотирихлористим. Заливають у кювету вуглиць чотирихлористий і дають екстрагенту у заповненій кюветі відстоятися не менше 10 сек.

Вміщують кювету у кюветний відсік. Після появи стійких значень шкали встановлюють кнопкою “Нуль” нульовий показ, для чого натискають кнопку “Нуль” і утримують її натиснутою (1 – 2) с. На цифровому табло встановиться стійкий нульовий показ.

Виймають кювету із кюветного відсіка і виливають із неї вуглиць чотирихлористий. На цифровому табло з'явиться контрольний показ умовного нуля.

8.6.2 Споліскують кювету трічі робочим калібрувальним розчином з масовою концентрацією нафтопродуктів 100 мг/дм³ за 8.4.2 мг/дм³. Дають розчину у заповненій кюветі відстоятися не менше 10 с.

Після появи стійкого значення умовного нуля вміщують кювету у кюветний відсік. Встановлюють кнопкою “Калібр” показ 100. Для цього натискають кнопку “Калібр” і утримують її натиснутою (1 – 2) с. На цифровому табло встановиться стійкий показ 100.

Виймають кювету із кюветного відсіка, виливають із неї калібрувальний розчин. Кювету декілька разів промивають чистим розчинником.

Записують показ цифрової шкали за відсутності кювети. Цей показ являється контрольним показом умовного нуля для наступних вимірювань з використанням даної партії екстрагенту.

Повторне встановлення кювети у кюветний відсік проводиться тільки після появи стійкого значення раніше одержаного контрольного показу умовного нуля.

8.6.3 При переході на роботу з іншою партією екстрагенту або при використанні іншої кювети операції 8.6.1-8.6.2 повторюють.

8.7 Відбір та консервування проб

Відбір проб поверхневих вод виконують згідно з ГОСТ 17.1.5.05,

ДСТУ ISO 5667-4 та ДСТУ ISO 5667-6, підземних вод – згідно з ДСТУ ISO 5667-11, зворотних вод – згідно з КНД 211.1.0.009, ДСТУ ISO 5667-10, зберігання та поводження з пробами – згідно з ДСТУ ISO 5667-3.

Проби відбирають у чисті і сухі скляні бутлі. Бутлі закривають пришліфованими скляними, корковими або поліетиленовими пробками, які обгорнуті алюмінієвою фольгою і подвійним шаром тонкої тефлонової плівки. При відборі проб стежать за тим, щоб виключити захоплення поверхневої плівки води. Відібрані проби не фільтрують і використовують повністю. Об'єм проби води і об'єм екстрагенту вибирають у залежності від очікуваної масової концентрації нафтопродуктів згідно з таблицею 2.

Таблиця 2 – Об'єм проби води і об'єм екстрагенту в залежності від очікуваної масової концентрації нафтопродуктів

Очікувана масова концентрація нафтопродуктів, мг/дм ³	Об'єм проби води, см ³	Об'єм екстрагенту, см ³	Коефіцієнт розведення екстракту, <i>k</i>
Від 0,025 до 0,5 включно	2000	10	1
« 0,25 до 5 »	1000	50	1
« 0,5 до 10 »	500	50	1
« 10 до 200 »	50	100	1
« 200 до 1000 »	50	100	5

Не пізніше ніж через 1 добу після відбору проби проводять екстракцію за 8.8.1. При неможливості проведення аналізу у вказаний час пробу консервують додаванням вуглецю чотирихлористого із розрахунку: 2 см³ вуглецю чотирихлористого на 1 дм³ проби. Додані об'єми враховують при екстрагуванні.

Консервовані проби зберігають за температури (5 ± 1) °С не більше ніж 2 тижні. Екстракти можна зберігати у щільно закритому посуді до 1 місяця.

8.8 Пробопідготовка

8.8.1 Екстрагування

8.8.1.1 Екстрагування при визначенні нафтопродуктів у діапазоні від 0,025 мг/дм³ до 0,5 мг/дм³

Відповідно до таблиці 2 використовують 2 дм³ проби води. Для їх відбору використовують дві склянки об'ємом по 1 дм³ кожна.

У лійку ділильну за 3.3.3 місткістю 1 дм³ вміщують пробу із першої склянки. Бутель, у якому знаходилась проба, обполіскують 5 см³ вуглецю чотирихлористого і розчинник виливають у лійку ділильну.

Додають у лійку ділильну такий об'єм вуглецю чотирихлористого, щоб з урахуванням консервування загальний об'єм вуглецю чотирихлористого складав 10 см³. Струшують лійку ділильну протягом 5 хв за пісочним годинником. Лійку ділильну залишають до розшарування фаз не менше ніж на 10 хв. Після розшарування нижній шар (екстракт) зливають у колбу конічну за 3.3.4 місткістю 50 см³.

Переливають воду із ділильної лійки у циліндр відповідного об'єму і

заміряють об'єм використаної проби води. Записують у робочий журнал.

У ту саму лійку ділильну за 3.3.3 місткістю 1 дм³ вміщують пробу із другої склянки. Бутель, у якому знаходилась проба, обполіскують екстрактом, одержаним після екстрагування проби води із першої склянки. Виливають екстракт у лійку ділильну з другою порцією проби води.

Струшують лійку ділильну протягом 5 хв за пісочним годинником. Лійку ділильну залишають до розшарування фаз не менше ніж на 10 хв. Після розшарування нижній шар (екстракт) зливають в ту саму колбу конічну за 3.3.4 місткістю 50 см³. Колбу закривають пробкою.

У такому вигляді екстракт можна зберігати протягом 1 місяця у темному місці за температури від $(5 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

Переливають воду із ділильної лійки у циліндр відповідного об'єму і заміряють об'єм використаної проби води. Записують у робочий журнал. Записують сумарний об'єм проби води.

8.8.1.2 Екстрагування при визначенні нафтопродуктів у діапазоні понад 0,5 мг/дм³

Пробу води цілком вміщують у лійку ділильну відповідної ємності (відбір аліквоти проби із склянки не допускається). Бутель, у якому знаходилась проба, обполіскують 5 см³ вуглецю чотирихлористого і розчинник виливають у лійку ділильну.

Додають у лійку ділильну такий об'єм вуглецю чотирихлористого, щоб з урахуванням консервування загальний об'єм вуглецю чотирихлористого відповідав таблиці 2 для очікуваного діапазону масової концентрації нафтопродуктів. Струшують лійку ділильну протягом 5 хв за пісочним годинником. Лійку ділильну залишають до розшарування фаз не менше ніж на 10 хв. Після розшарування нижній шар (екстракт) зливають у колбу конічну за 3.3.4 відповідної ємності. Колбу закривають пробкою.

У такому вигляді екстракт можна зберігати протягом 1 місяця у темному місці за температури від $(5 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

Переливають воду із ділильної лійки у циліндр відповідного об'єму і заміряють об'єм використаної проби води. Записують у робочий журнал об'єм використаної проби води.

Примітка 2. Допускається виконувати екстракцію в екстракторах, що входять у комплектацію приладу. При цьому керуються відповідними інструкціями з експлуатації.

8.8.2 Очистка екстракту

Екстракт зневоднюють за допомогою натрію сірчаноокислого. Для цього натрій сірчаноокислий, підготовлений за 8.2.3, невеликими порціями при перемішуванні струшуванням або скляною паличкою додають до екстракту за 8.8.1 до освітлення екстракту та повного зникнення емульсії. Використовують не менше 2 г натрію сірчаноокислого на 10 см³ екстракту.

8.8.2.1 Очистка екстракту при визначенні нафтопродуктів у діапазоні від 0,025 мг/дм³ до 0,5 мг/дм³

У підготовлену за 8.2.6.1 колонку невеликими порціями наливають 4 см³ вуглецю чотирихлористого для змочування оксиду алюмінію. Встановлюють

швидкість протікання вуглецю чотирихлористого приблизно $1 \text{ см}^3/\text{хв}$. Після появи першої краплі на виході з колонки порціями переносять у колонку зневоднений екстракт і пропускають його крізь колонку з такою самою швидкістю. Слідкують, щоб рівень екстракту не опускався нижче шару оксиду алюмінію.

Перші 4 см^3 елюату збирають окремо у градуйовану пробірку за $3.1.8$ місткістю 10 см^3 , основну порцію збирають у градуйовану пробірку за $3.1.8$ місткістю 25 см^3 . Натрій сірчаноокислий і стінки колби, в якій проводилось висушування екстракту, промивають першими 4 см^3 елюату. Після того, як рівень екстракту у колонці опуститься до шару скловолокна, переносять промивну порцію вуглецю чотирихлористого в колонку. Збирають елюат у пробірку з основною порцією. Закривають пробірку пробкою і перемішують.

8.8.2.2 Очищення екстракту при визначенні нафтопродуктів у діапазоні понад $0,5 \text{ мг/дм}^3$

У підготовлену за **8.2.6.1** колонку невеликими порціями наливають 4 см^3 вуглецю чотирихлористого для змочування оксиду алюмінію. Встановлюють швидкість протікання вуглецю чотирихлористого приблизно $1 \text{ см}^3/\text{хв}$. Після появи першої краплі на виході з колонки порціями переносять у колонку зневоднений екстракт і пропускають його крізь колонку з такою ж швидкістю. Слідкують, щоб рівень екстракту не опускався нижче шару оксиду алюмінію.

Перші 4 см^3 елюату збирають окремо у градуйовану пробірку за $3.1.8$ місткістю 10 см^3 і відкидають. Основну порцію збирають у колбу конічну за **3.3.4** місткістю 100 см^3 . Збирають такий об'єм елюату, щоб його було достатньо для проведення вимірювань на аналізаторі, або, при необхідності, для розведення елюату. Увесь одержаний об'єм екстрагенту можна не піддавати очищенню для запобігання перевантаження колонки.

8.8.3 Холосте вимірювання

Циліндром за **3.1.7** відміряють такий об'єм очищеної води здистильованої за **8.2.7**, який дорівнює використаному об'єму проби води для визначення масової концентрації нафтопродуктів. Обробляють холосту пробу одночасно з аналізом проби води таким же способом.

9 ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

9.1 Вимірюють масову концентрацію нафтопродуктів у елюаті холостої проби за **8.8.3**. Для цього виймають кювету із кюветного відсіка. Встановлюють діапазон 100 мг/дм^3 натисканням кнопки "Діапазон". Споліскують внутрішню поверхню кювети елюатом за **8.8.3**. Заливають у кювету елюат до повного її заповнення, відстоюють не менше 10 с .

Після появи стійкого значення контрольного показу умовного нуля встановлюють кювету у кюветний відсік аналізатора.

Зчитують і реєструють покази приладу.

9.2 Вимірюють масову концентрацію нафтопродуктів у елюаті аналізованої проби за **8.8.2**. Для цього споліскують внутрішню поверхню кювети вуглецем чотирихлористим, потім елюатом за **8.8.2**. Заливають у

кювету елюат до повного її заповнення, відстоюють не менше 10 с.

Після появи стійкого значення контрольного показу умовного нуля встановлюють кювету у кюветний відсік аналізатора.

Зчитують і реєструють покази приладу.

9.3 Якщо результат вимірювання за 9.2 перевищує 100 мг/дм³, елюат за 8.8.2 розводять вуглецем чотирихлористим у k разів (наприклад, у колбу мірну за 3.1.4 місткістю 25 см³ піпеткою за 3.1.5 вміщують 5 см³ елюату, доводять об'єм до позначки вуглецем чотирихлористим і перемішують. $k=5$). Розведення елюату проводять так, щоб концентрація нафтопродуктів після розведення відповідала встановленому діапазону калібрування. Таким же способом розводять елюат за 8.8.3.

Виконують вимірювання на тому ж діапазоні, при розрахунках враховують ступінь розведення елюату за 8.8.2 та 8.8.3.

9.4 Від результату вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у елюаті за 8.8.2 віднімають результат вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у елюаті за 8.8.3.

10 ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ

10.1 Результат вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у аналізованій пробі води, $\rho_{\text{пн}}$, мг/дм³, знаходять за формулою (1):

$$\rho_{\text{пн}} = \frac{\rho_{\text{пнм}} \times V_{\text{екстр}}}{V_{\text{пр}}} \times k, \quad (1)$$

де $\rho_{\text{пнм}}$ – масова концентрація нафтопродуктів, знайдена за показами приладу, мг/дм³;

$V_{\text{екстр}}$ – об'єм екстрагенту, використаний для екстрагування проби за 8.8.1.1 або за 8.8.1.2, см³;

k – коефіцієнт розведення елюату, значення котрого дорівнює 1 (при виконанні вимірювань за 9.2) або 5 (при виконанні вимірювань за 9.3);

$V_{\text{пр}}$ – об'єм проби води, см³.

Результат обчислень за формулою (1) заокруглюють до десяткового розряду, яким закінчується заокруглене за 12.2 значення абсолютної похибки вимірювань.

11 КОНТРОЛЬ ПОХИБКИ

11.1 Контроль якості вимірювань масової концентрації нафтопродуктів здійснюють за КНД 211.4.044, згідно з вимогами якого об'єм контролю має складати не менше 5 % від об'єму поточних вимірювань.

11.2 У залежності від умов виконання вимірювань випадкову складову похибки контролюють за збіжністю чи відтворваністю.

Контроль збіжності вимірювань проводять за розходженням результатів двох паралельних одиничних вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у робочій пробі ρ_{361} і ρ_{362} , виконаних за умов збіжності. Рішення про

задовільність збіжності приймають, якщо виконується умова:

$$\frac{2|\rho_{361} - \rho_{362}|}{\rho_{361} + \rho_{362}} \leq 0,01 \times d_{36}, \quad (2)$$

де d_{36} – норматив оперативного контролю збіжності вимірювань.

Для зворотних, поверхневих та підземних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів від 0,025 мг/дм³ до 0,5 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю збіжності за довірчої імовірності $P = 0,95$ становить 29 %.

Для зворотних, поверхневих та підземних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів понад 0,5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю збіжності за довірчої імовірності $P = 0,95$ становить 23 %.

11.3 Контроль відтворюваності вимірювань проводять за розходженням результатів двох повторних одиничних вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у робочій пробі, ρ_{e1} і ρ_{e2} , виконаних різними виконавцями.

Рішення про задовільність відтворюваності приймають, якщо виконується вимога:

$$\frac{2|\rho_{e1} - \rho_{e2}|}{\rho_{e1} + \rho_{e2}} \leq 0,01 \times d_b, \quad (3)$$

де d_b – норматив оперативного контролю відтворюваності вимірювань.

Для зворотних, поверхневих та підземних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів від 0,025 мг/дм³ до 0,5 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю відтворюваності за довірчої імовірності $P = 0,95$ становить 31 %.

Для зворотних, поверхневих та підземних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів понад 0,5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю відтворюваності за довірчої імовірності $P = 0,95$ становить 27 %.

При незадовільних результатах контролю відтворюваності вимірювань вимірювання припиняють, з'ясовують та усувають причини невідповідності.

11.4 Контроль похибки вимірювань проводять за результатами вимірювань контрольних зразків за 8.5.3.

Рішення про задовільну похибку результатів вимірювань приймають за умови:

$$|\rho_k - \rho_i| \leq K, \quad (4)$$

де ρ_k – показ аналізатора при вимірюванні масової концентрації нафтопродуктів у контрольному зразку, мг/дм³;

ρ_i – значення масової концентрації нафтопродуктів у контрольному зразку, мг/дм³;

K – норматив оперативного контролю похибки, мг/дм³, значення якого наведено у таблиці 3.

Таблиця 3 – Нормативи оперативного контролю похибки вимірювань

Масова концентрація нафтопродуктів у контрольному зразку, ρ , мг/дм ³	Норматив оперативного контролю похибки, K	
	мг/дм ³	%
5	$\pm 2,0$	40
10	$\pm 2,0$	20
25	$\pm 2,0$	8
50	$\pm 2,0$	4
75	$\pm 2,0$	2,7
100	$\pm 2,0$	2,0

12 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ

12.1 Результат вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у зворотних, поверхневих та підземних водах подають у вигляді 12.1.1 або 12.1.2

12.1.1 ($\rho_{\text{м}} \pm \Delta$), мг/дм³; $P = 0,95$; $n = 1$

де $\pm \Delta$ – границі абсолютної похибки результату вимірювання масової концентрації нафтопродуктів за довірчої ймовірності $P = 0,95$, мг/дм³;

n – кількість паралельних вимірювань, за якими було отримано результат.

12.1.2 Результат вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у зворотних, поверхневих та підземних водах ($\rho_{\text{м}}$), мг/дм³, границі сумарної відносної похибки $\pm \delta$, %; $P = 0,95$; $n = 1$.

12.2 Границі абсолютної похибки результату вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у зворотних, поверхневих та підземних водах обчислюють за формулою:

$$\Delta = \frac{\delta \times \rho_{\text{м}}}{100} \quad (5)$$

Результат обчислень заокруглюють і записують до другої значущої цифри.

Результат вимірювання повинен закінчуватись тим же десятковим розрядом, що й абсолютна похибка вимірювання.

12.3 Результати вимірювань заносять у робочий журнал та/чи до протоколу вимірювань.

ДОДАТОК А
(довідковий)
НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У даному документі використані посилання на такі стандарти та нормативні документи (далі – НД):

Позначення НД	Найменування НД	Пункт МВВ
ДСТУ ISO 5667-3-2001	Якість води. Відбирання проб. Частина 3. Настанови щодо зберігання та поводження з пробами	8.6
ДСТУ ISO 5667-4-2003	Якість води. Відбирання проб. Частина 4. Настанови щодо відбирання проб із природних та штучних озер	8.6
ДСТУ ISO 5667-6:2009	Якість води. Відбирання проб. Частина 6. Настанови щодо відбирання проб води з річок та інших водотоків	8.6
ДСТУ ISO 5667-10:2005	Якість води. Відбирання проб. Частина 10. Настанови щодо відбирання проб стічних вод	8.6
ДСТУ ISO 5667-11:2005	Якість води. Відбирання проб. Частина 11. Настанови щодо відбирання проб підземних вод	8.6
ДСТУ OIML R 111-1:2008	Гирі класів точності E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 і M3. Частина 1. Загальні технічні вимоги та методи випробування (OIML R 111-1:2004, IDT)	3.1.2.1
ДСТУ ГОСТ 27384:2005	Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств	2
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны	5.2
ГОСТ 17.1.5.05-85	Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков	8.6
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки	3.1.4, 3.1.7, 3.1.8
ГОСТ 4166-76	Натрий серноокислый. Технические условия	3.2.3
ГОСТ 4204-77	Кислота серная. Технические условия	3.2.4
ГОСТ 4461-77	Кислота азотная. Технические условия	3.2.7
ГОСТ 5556-81	Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия	3.2.6
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия	3.2.5
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия	3.3.6
ГОСТ 10727-91	Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия	3.2.6

Позначення НД	Найменування НД	Пункт МВВ
ГОСТ 14919-83	Электроплиты, электроплитки и жарочные электрощафы бытовые. Общие технические условия	3.4.1
ГОСТ 20288-74	Углерод четыреххлористый. Технические условия	3.2.1
ГОСТ 24104-88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия	3.1.2
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры	3.3.1, 3.3.2, 3.3.3, 3.3.4, 3.3.10, 3.3.11, 3.3.13
ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой	3.1.5
ГОСТ 29224-91	Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения	3.3.14
ГОСТ 29227-91 (ИСО 835/1-81)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования	3.1.6
ГОСТ 29252-91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания	3.3.5
КНД 211.1.0.009-94	Охорона навколишнього природного середовища та раціональне використання природних ресурсів. Гідросфера. Відбір проб для визначення складу і властивостей зворотних та технологічних вод. Основні положення	8.6
КНД 211.4.044-95	Охорона навколишнього природного середовища та раціонального використання природних ресурсів. Метрологічне забезпечення. Внутрішньо-лабораторний контроль похибок визначень складу проб вод	11.1
НПА ОП 73.1-1.11-12	Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях	5.1
ТУ 6-09-1678-86	Фильтры обеззоленные. Технические условия	3.3.7
ТУ 6-09-3916-75	Алюминия оксид для хроматографии. Технические условия	3.2.2
ТУ 6-09-06-885-77	Углерод четыреххлористый для спектроскопии	3.2.1
ТУ 79-337-72	Печи электрические муфельные лабораторные. Технические условия	3.4.2
ТУ У 33.5-14307481-030-2004	Часы песочные. Технические условия	3.1.9



МІНІСТЕРСТВО ЕКОНОМІЧНОГО РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ УКРАЇНИ
(Мінекономрозвитку України)

ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР
СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ, СЕРТИФІКАЦІЇ ТА ЗАХИСТУ ПРАВ СПОЖИВАЧІВ
(ДП «УКРМЕТРГЕСТАНДАРТ»)

НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ІНСТИТУТ МЕТРОЛОГІЧНОГО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ВИМІРЮВАНЬ СКЛАДУ,
ВЛАСТИВОСТЕЙ І КІЛЬКОСТІ РЕЧОВИН І МАТЕРІАЛІВ

СВІДОЦТВО про атестацію МВВ

№ 081/12-0877-13 від 12.12.2013 р.

Чинне до 12.12.2018 р.

Методика виконання вимірювань (МВВ) «Води зворотні, поверхневі, підземні. Методика виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів методом інфрачервоної спектрофотометрії»
МВВ № 081/12-0877-13

Розроблена Українським науково-дослідним інститутом екологічних проблем Мінприроди України

(назва підприємства (організації) розробника МВВ)

Атестована відповідно до ГОСТ 8.010-99

(назва нормативного документа)

Атестація проведена за результатами метрологічної експертизи.

За результатами атестації, проведеної в 2013 р., встановлено, що ця методика відповідає метрологічним вимогам до МВВ та має такі основні метрологічні характеристики:

діапазон вимірювання масової концентрації нафтопродуктів в зворотних, поверхневих та підземних водах від 0,025 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно; границі відносної сумарної похибки: в діапазоні від 0,025 мг/дм³ до 0,5 мг/дм³ включно $\delta = \pm 50\%$ ($P = 0,95$); в діапазоні від понад 0,5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно $\delta = \pm 28\%$ ($P = 0,95$).

Контроль похибки вимірювань здійснювати за розділом 11 цієї методики.

Директор НВЦ



М.С.Рожнов

А П
Т
102648