МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

РД 52.10.744–2010

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ КРЕМНИЯ В МОРСКОЙ ВОДЕ

Методика измерений фотометрическим методом в виде синей формы молибдокремневой кислоты

Москва
2010

Предисловие

4 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н. Зубова» (ФГУ «ГОИН»)

5 РАЗРАБОТЧИКИ Е.Н. Ктиторова, Ю.С. Лукьянов, К.К. Иванова

6 СОГЛАСОВАН с УМЗА Росгидромета 07.12.2010 г., ГУ «НПО «Тайфун» 09.11.2010 г.

7 УТВЕРЖДЕН заместителем Руководителя Росгидромета

8 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ № 18.22-2010 выдано 20.10.2010 г.

9 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.10.744–2010 от 17.12.2010 г.

10 ВЗАМЕН РД 52.10.243–92 «Руководство по химическому анализу морских вод» в части раздела «Кремний» (С. 87–93)

© ФГУ «ГОИН», 2010

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования к показателям точности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы 3
5 Метод измерений 4
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 4
7 Требования к квалификации операторов 4
8 Условия выполнения измерений 5
9 Отбор и хранение проб 5
10 Подготовка к выполнению измерений 5
11 Установление градуировочных зависимостей 7
12 Контроль стабильности градуировочной характеристики 8
13 Выполнение измерений 8
14 Вычисление результатов измерений 9
15 Контроль качества результатов измерений 10
Библиография 13

Введение

Кремний - один из самых широко распространенных элементов земной коры. Кремний попадает в гидросферу из-за эрозии пород на суше. Реки несут его к морю и в растворимой форме и в виде взвешенных в воде минеральных частиц. Однако по большей части в океанской воде концентрация силикатов очень мала. Биологические процессы удерживают концентрацию кремния на низком уровне. Диатомовые водоросли и другие группы морских организмов поглощают силикаты из воды и преобразуют большую их часть в скелетные материалы. Диатомовые водоросли – главные потребители силикатов в океане, вслед за ними идут губки и различные представители простейших. Скелеты мертвых диатомовых водорослей погружаются с поверхности на глубину океана, где постепенно распадаются. Силикаты, растворенные в океанских глубинах, возвращаются к поверхности в областях с восходящими течениями.

Сведения о содержании кремния позволяют судить об изменениях в режиме вод морей и океанов, особенно в акваториях, обогащенных речным стоком, так как в речных водах концентрация кремния выше, чем в морских. В морских водах содержание кремния колеблется обычно от 0,5 до 3,0 мг/дм^3.

В водах соединения кремния находятся в растворённом, взвешенном и коллоидном состояниях, соотношения между которыми определяются составом вод, температурой, pH и другими факторами.

Растворённые формы кремния представлены, главным образом, кремниевой кислотой, продуктами её диссоциации и ассоциации, а также кремнийорганическими соединениями

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ КРЕМНИЯ В МОРСКОЙ ВОДЕ

Методика измерений фотометрическим методом в виде синей формы молибдокремневой кислоты

Дата введения – 2011–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации силикатов (в основном мономерно-димерных форм) в пробах морских вод в диапазоне от 10 до 1200 мкг/дм^3 в пересчете на кремний фотометрическим методом в виде синей формы молибдокремниевой кислоты.

При анализе проб воды с массовой концентрацией кремния, превышающей 1200 мкг/дм^3, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих наблюдения за состоянием и загрязнением морских вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.3.08–82 Охрана природы. Гидросфера. Правила контроля качества морских вод

ГОСТ 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05–85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

ГОСТ Р 51592–2000 Вода. Общие требования к отбору проб

РМГ 61–2003 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 76–2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

П р и м е ч а н и е – Ссылки на остальные стандарты и технические документы приведены в разделе 4.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений, характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений массовой концентрации кремния X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) ±Δ, мкг/дм^3
От 10,0 до 1200 включ.	0,01X + 0,32	0,02X + 0,84	0,04X + 1,65

3.2 При выполнении измерений в разбавленных пробах погрешность измерения не превышает величины Δ_p, вычисляемой по формуле

$$\Delta_p = \Delta \cdot \eta , \qquad (1)$$

где Δ – погрешность измерений концентрации кремния в разбавленной пробе по таблице 1, мкг/дм^3;

η – степень разбавления.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

– спектрофотометр любого типа, работающий на длине волны 810 нм, с пределом абсолютной допускаемой погрешности коэффициента пропускания не более 1 %, с кюветами длиной 50 мм;

– весы лабораторные по ГОСТ 53228–2008, среднего класса точности, с пределом взвешивания 200 г;

– государственный стандартный образец состава водных растворов ионов кремния ГСО 2298–89 П (далее ГСО);

– дозатор лабораторный по ГОСТ 28311–89, переменного объема, с наконечниками 1–5 $см^3$;

– пипетки градуированные по ГОСТ 29227–91, 2-го класса точности, вместимостью 1 $см^3$ – 2 шт., 2 $см^3$ – 3 шт., 5 $см^3$ – 1 шт., 10 $см^3$ – 1 шт.;

– колбы мерные по ГОСТ 1770–74, не ниже 2-го класса точности, вместимостью 250 $см^3$ – 1 шт., 100 $см^3$ – 2 шт., 1000 $см^3$ – 1 шт.;

– колбы мерные полипропиленовые по ТУ 229–018–23050963–99, вместимостью 50 $см^3$ – 7 шт.;

– колбы конические или стаканы полипропиленовые по ТУ 229–018–23050963–99, вместимостью 100 $см^3$;

– цилиндры мерные по ГОСТ 1770–74, вместимостью 500 $см^3$ – 1 шт., 250 $см^3$ – 2 шт., 100 $см^3$ – 2 шт., 50 $см^3$ – 1 шт.;

– стаканы по ГОСТ 25336–82, вместимостью 400 $см^3$ – 3 шт.;

– стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336–82, типа СВ–19/9;

– Воронка Бюхнера № 1 или № 2 по ГОСТ 9147–80;

– воронки лабораторные по ГОСТ 25336–82, диаметром 7–10 см;

– палочка стеклянная;

– аквадистиллятор ДЭ–4–2 по ТУ–16–10721–79;

– холодильник бытовой.

П р и м е ч а н и е – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

– оксид алюминия по ТУ 6–09–3916, для хроматографии;

– .аммоний молибденовокислый 4-водный (молибдат аммония) по ГОСТ 3765, х. ч.;

– кислота щавелевая по ГОСТ 22180–76, х. ч.;
– кислота серная по ГОСТ 4204–77, х.ч.;
– кислота аскорбиновая по ФС 42-2668-95, фармакопейная;
– вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;
– фильтры бумажные обеззоленные по ТУ 6–09–1678–86, «белая лента».

Примечание – Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативной и технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Определение массовой концентрации кремния фотометрическим методом основано на взаимодействии мономерно-димерных форм кремния с молибдатом аммония в кислой среде с образованием кремнемолибденового комплекса, который при восстановлении аскорбиновой кислотой образует окрашенную в синий цвет форму. Максимум в спектре поглощения образовавшегося соединения наблюдается при 810 нм [1].

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений кремния в пробах морских вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и в правилах [2].

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся к 2 и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Массовая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с профессиональным образованием, освоившие методику, со стажем работы в лаборатории не менее 6 мес.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (22±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ 17.1.3.08 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592.

Пробу отбирают в полиэтиленовую или полипропиленовую посуду вместимостью 250 см^3 после двухкратного ополаскивания морской водой склянки и пробки.

Определение кремния необходимо производить не позже 12 ч после отбора проб.

При охлаждении до 3-5 С допускается хранение проб в течение 5–7 сут. Более длительное хранение возможно при замораживании проб до температуры минус 18° С. Замороженные пробы после размораживания должны до анализа не менее 10 ч находиться при комнатной температуре. Подкисление проб с целью консервации недопустимо.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

Растворы и реактивы для определения кремния готовят на свежеприготовленной дистиллированной воде, образцы для градуировки на «бескремниевой» морской воде.

10.1.1 Получение «бескремниевой» морской воды

«Бескремниевую» воду получают путем пропускания морской воды через адсорбер с прокаленным оксидом алюминия.

Для этого оксид алюминия прокаливают в сушильном шкафе при 600–700 °С в течение часа. Прокаленный оксид алюминия помещают в воронку Бюхнера слоем около 10 см и по каплям пропускают поверхностную

морскую воду с соленостью, отличающуюся от солености пробы не более чем на 2,5 ‰. «Бескремниевую» воду хранят в плотно закрытой полиэтиленовой или полипропиленовой посуде.

Оксид алюминия следует заменять после пропускания через него 10–15 $дм^3$ морской воды.

10.1.2 Раствор серной кислоты

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ к 400 $см^3$ свежеприготовленной дистиллированной воды осторожно приливают 200 $см^3$ концентрированной кислоты и перемешивают. После охлаждения объем раствора доводят до метки. Хранят в толстостенной или полиэтиленовой посуде.

10.1.3 Раствор молибдата аммония

Для получения раствора 49,5 г молибдата аммония растворяют в 250 $см^3$ свежеприготовленной дистиллированной воды. Если соль растворяется медленно, раствор можно слегка подогреть. При необходимости раствор фильтруют через бумажный фильтр «белая лента». Хранят в полиэтиленовой посуде в холодильнике не более 1 мес.

10.1.4 Смешанный реактив

Для приготовления смешанного реактива к 100 $см^3$ раствора молибдата аммония добавляют 100 $см^3$ раствора серной кислоты по 10.1.2 и тщательно перемешивают. Хранят в холодильнике в полиэтиленовой посуде в течение 3 мес.

10.1.5 Раствор щавелевой кислоты

Раствор щавелевой кислоты получают растворением 6,3 г кислоты в свежеприготовленной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Раствор готовят в день употребления.

10.1.6 Раствор аскорбиновой кислоты

Раствор аскорбиновой кислоты готовят растворением 4,4 г кислоты в свежеприготовленной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$. Раствор используют в день приготовления, либо хранят в холодильнике не более 5 сут.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочный раствор готовят из стандартного образца (ГСО) с массовой концентрацией кремния 1,00 мг/см^3.

Отбирают 1,0 см^3 образца с помощью пипетки вместимостью 1 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят объем в колбе до метки свежеприготовленной дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация кремния в градуировочном растворе составляет 10,0 мг/дм^3. Раствор переносят в полиэтиленовую (полипропиленовую) посуду и хранят плотно закрытым не более 3 мес.

11 Установление градуировочных зависимостей

11.1 Для приготовления образцов для градуировки используют «бескремниевую» морскую воду, полученную в соответствии с 10.1.1, с соленостью, отличающуюся от солености пробы не более чем на 2,5 ‰.

В мерные полипропиленовые колбы вместимостью 50 см^3 градуированными пипетками вместимостью 1, 5 и 10 см^3 вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 см^3 градуировочного раствора с массовой концентрацией кремния 10,0 мг/дм^3, доводят объём растворов до меток «бескремниевой» морской водой и тщательно перемешивают. Массовые концентрации кремния в полученных образцах равны соответственно 0; 100; 200; 400; 600; 800; 1200 мкг/дм^3.

При отсутствии «бескремниевой» морской воды допустимо приготовление градуировочных растворов на свежеприготовленной дистиллированной воде. В этом случае при вычислении результатов измерений вводят солевую поправку в соответствии с 14.2.

Каждый образец для градуировки готовят в тройной повторности.

11.2 Для установления градуировочной характеристики содержимое каждой колбы переносят в полипропиленовые конические колбы или стаканы вместимостью 100 см^3 прибавляют 1,4 см^3 смешанного реактива, перемешивают и оставляют стоять 10 мин. По истечении этого времени к образцам добавляют 1,4 см^3 раствора щавелевой кислоты и сразу же 1,4 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Раствор хорошо перемешивают и оставляют на 30 мин для развития окраски.

Через 30 мин после добавления реактивов измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре в кюветах 50 мм при длине волны 810 нм относительно «бескремниевой» морской или свежеприготовленной дистиллированной воды, на которой готовились образцы для градуировки.

Значение оптической плотности холостого опыта (раствора, не содержащего добавок кремния) вычитают из оптической плотности растворов, содержащих кремний.

12 Контроль стабильности градуировочной характеристики

12.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед выполнением измерений массовой концентрации кремния в серии проб. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 11.1 (не менее 3 образцов).

12.2 Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующего условия

$$|X - C| \leq \sigma_R , \qquad (2)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации кремния в образце, мкг/дм^3;

C – приписанное значение массовой концентрации кремния в образце, мкг/дм^3;

σ_R – показатель воспроизводимости для концентрации C в соответствии с таблицей 1, мкг/дм^3.

Если условие (2) не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (2), устанавливают новую градировочную зависимость.

12.1 Разность между результатом измерения X и значением приписанной массовой концентрации C должна иметь как положительное, так и отрицательное значение. Если все значения имеют один знак – это свидетельствует о наличии систематической ошибки. В этом случае также требуется установить новые градировочные зависимости.

13 Выполнение измерений

Мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 отмеривают две аликвоты тщательно перемешанной пробы морской воды объемом 50 см^3 в полипропиленовые колбы или стаканы вместимостью 100 см^3, затем к пробе прибавляют 1,4 см^3 смешанного реактива, перемешивают и оставляют стоять 10 мин.

По истечении этого времени к пробе добавляют 1,4 см^3 раствора щавелевой кислоты и сразу же 1,4 см^3 раствора аскорбиновой кислоты.

Раствор хорошо перемешивают и оставляют на 30 мин для развития окраски.

Одновременно выполняют два параллельных измерения оптической плотности холостых проб, в качестве которых используют 50 см^3 воды, которая применялась для приготовления образцов для градуировки.

Через 30 мин после добавления реактивов измеряют оптическую плотность пробы морской воды на спектрофотометре в кюветах 50 мм при длине волны810 нм относительно исследуемой морской воды без реактивов.

14 Вычисление результатов измерений

14.1 Вычисляют значение оптической плотности A_x, соответствующее концентрации кремния в пробе по формуле

$$A_x = A - A_1, \qquad (3)$$

где А – значение оптической плотности анализируемой пробы воды, полученное в ходе определения;

A_1 – среднее значение оптической плотности холостой пробы.

14.2 Если для приготовления образцов для градуировки применяли свежеприготовленную дистиллированную воду, то результат измерений оптической плотности A_x умножают на солевую поправку K_s

$$K_s = 1+0{,}0028 \cdot S, \qquad (4)$$

где S – соленость пробы, ‰.

По соответствующей градуировочной зависимости находят массовую концентрацию кремния в анализируемой пробе воды X, мкг/дм^3, согласно полученному значению оптической плотности A_x.

14.3 За результат $\overline{X}$ принимают среднее арифметическое из двух параллельных измерений массовой концентрации кремния, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости r, который вычисляют по формуле

$$r = 2{,}77\ \sigma_r, \qquad (5)$$

где σ_r – показатель повторяемости по таблице 1, мкг/дм^3.

Если расхождение превышает предел повторяемости, выполняют повторное измерение рабочих проб. При повторном расхождении результаты анализа бракуются, а в лаборатории проводится выяснение причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

14.4 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3 \ (P = 0{,}95), \qquad (6)$$

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение двух результатов измерений кремния, для которых выполняется условие повторяемости в соответствии с 14.3, мкг/дм^3;

± Δ – границы характеристики погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации кремния (таблица 1), мкг/дм^3.

Если пробы перед определением были разбавлены, результат измерения умножают на величину разбавления.

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

15 Контроль качества результатов измерений

15.1 Общие положения

15.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает

оперативный контроль процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности результатов анализа).

Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости с вероятностью 0,95 (P=0,95)

Диапазон измерений массовой концентрации кремния X, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r, мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) R, мкг/дм^3
От 10,0 до 1200 включ.	0,03X + 0,90	0,06X + 2,33

15.1.2 Оценки внутрилабораторной прецизионности и погрешности могут быть проведены с использованием алгоритмов, изложенных в рекомендациях РМГ 61 при реализации этих алгоритмов в конкретной лаборатории.

П р и м е ч а н и е – Допустимо, на начальном этапе внедрения процедуры внутреннего контроля или при сложности организации в лаборатории работ по оценке показателей качества результатов анализа морских вод, лабораторные характеристики погрешности устанавливать расчетным способом на основе следующих выражений $\Delta_л$ = 0,84 Δ; $R_л$=0,84R; $\sigma_{Rл} = \frac{\sigma_R}{1,2}$.

15.1.3 Периодичность контроля регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории (или другом документе системы качества, регламентирующем процедуры внутрилабораторного контроля) с учетом требований РМГ 76.

П р и м е ч а н и е – При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в двух лабораториях, проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6 с использованием значений предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 2.

15.2 Оперативный контроль повторяемости

15.2.1 Для оперативного контроля повторяемости отобранную пробу воды делят на две части и проводят параллельные измерения в соответствии с разделом 13.

Результат контрольной процедуры $r_к$, мкг/дм^3 рассчитывают по формуле

$$r_к = \left| X_1 - X_2 \right|, \qquad (7)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных измерений массовой концентрации кремния в пробе, мкг/дм^3.

Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \leq r, \qquad (8)$$

где r – предел повторяемости в соответствии с таблицей 2, мкг/дм^3.

15.2.2 При невыполнении условия (8) процедуру измерения повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их в соответствии с РМГ 76.

15.3 Оперативный контроль погрешности выполнения измерений

15.3.1 Оперативный контроль погрешности выполнения измерений проводят с использованием метода добавок путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| \bar{X}' - \bar{X} - C \right|, \qquad (9)$$

где $\bar{X}'$ – результат контрольного измерения массовой концентрации кремния в рабочей пробе с известной добавкой, мкг/дм^3;

$\bar{X}$ – результат контрольного измерения массовой концентрации кремния в рабочей пробе, мкг/дм^3;

C – величина добавки, мкг/дм^3.

15.3.2 Норматив контроля погрешности К, мкг/дм3 рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{лX'})^2 + (\Delta_{лX})^2}, \qquad (10)$$

где $\Delta_{лX'}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации кремния в пробе с добавкой, мкг/дм^3;

$\Delta_{лX}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации кремния в рабочей пробе, мкг/дм^3.

Если результат контрольной процедуры $K_к$ удовлетворяет условию

$$| K_к | \leq K, \qquad (11)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

15.3.3 При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Библиография

[1] Chemical methods for the use in marine environmental monitoring/IOC, Manuals and guides, N 12. – UNESCO, 1983

[2] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. – Л.: Гидрометеоиздат, 1983

Ключевые слова: вода морская, массовая концентрация, кремний, методика измерений, фотометрический метод

Лист регистрации изменений

Номер изме-нения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	изменен-ной	заменен-ной	новой	аннули-рованной			внесе-ния измене-ния	введе-ния измене-ния