МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ДЕПАРТАМЕНТ ХИМИКО – ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО И ЛЕСОПРОМЫШЛЕННОГО КОМПЛЕКСА

ГОЛОВНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ АО «ОРГМИН»

БАЗОВАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ ООО НТФ «ХРОМОС»

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО НТФ «Хромос»

М.Т. Джапаридзе

"25" января 2017 г.

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
АО «ОРГМИН»

И.В. Панов

"24" января 2017 г.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ (МАССОВОЙ ДОЛИ) ВИНИЛХЛОРИДА, ВИНИЛИДЕНХЛОРИДА, 1,2-ДИХЛОРЭТАНА, МЕТИЛЕНХЛОРИДА, 1.1.2-ТРИХЛОРЭТАНА, ТРИХЛОРЭТИЛЕНА, ХЛОРИСТОГО МЕТИЛА, ХЛОРОФОРМА, ЧЕТЫРЁХХЛОРИСТОГО УГЛЕРОДА, БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА, ОРТО-КСИЛОЛА, СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ МЕТА- И ПАРА- КСИЛОЛОВ В ПОЧВАХ, ГРУНТАХ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ, ИЛЕ, ОСАДКАХ СТОЧНЫХ ВОД, ШЛАМАХ, ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ ОТХОДАХ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Р 76/195 -2016

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда *по обеспечению единства измерений*

ФР.1.31.2017.26949

МОСКВА 2017 г.

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом АО «ОРГМИН».

Протокол заседания НТС АО «ОРГМИН» №1 от 24 января 2017г.

Методика аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»).

Свидетельство об аттестации **№ 205-11/RA.RU.311787-2016/2017** от 11 мая 2017 года.

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений: **ФР.1.31.2017.26949.**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Разработчик:
ООО НТФ «Хромос»
Адрес: 115088, г. Москва, ул. Угрешская, д. 2
Телефон/факс: (499) 126-42-52
моб. (906) 086-21-49
e-mail: gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика **преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.**

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для измерений массовой концентрации (массовой доли) винилхлорида (ВХ), винилиденхлорида (ВДХ), 1,2-дихлорэтана (ДХЭ), метиленхлорида (МХ), 1,1,2-трихлорэтана (ТХЭан), трихлорэтилена (ТХЭен), хлористого метила (ХМ), хлороформа (ХЛФ), четыреххлористого углерода (ЧХУ), бензола (БЗ), толуола (ТЛ), орто-ксилола (о-КС), суммарного содержания мета- и пара-ксилолов (м,п-КС) в почвах, грунтах, донных отложениях, иле, осадках сточных вод, шламах, в твердых и жидких отходах производства и потребления.

Диапазон измерений по каждому компоненту:

- массовая концентрация - от 0,05 мг/дм^3 до 250000 мг/дм^3;
- массовая доля - от 0,05 млн$^{-1}$ (мг/кг) до 250000 млн$^{-1}$ (мг/кг) или от 0,000005 % до 25 %.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

компонент	Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
		мг/дм^3	млн$^{-1}$	%				
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Бензол	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	8	12	22
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	24	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	8	12	22
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Винилиденхлорид, винилхлорид	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	26	7	11	19
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	22	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	22	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	5	8	14
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	17	4	6	11
1,2-дихлорэтан	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	24	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	17	4	6	11
Метиленхлорид	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17

		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Метил хлористый	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	27	7	11	19
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	22	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	20	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	26	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	22	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	5	8	14
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	22	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	20	5	8	14
О-, М-, П-ксилол	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	16	4	6	11
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11
Толуол	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	24	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14

		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Трихлорэтилен	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	15	4	6	11
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	25	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
1,1,2-трихлорэтан	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	15	4	6	11
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	25	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	15	4	6	11
Хлороформ	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	22	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил,	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	22	6	9	17

	осадки, шламы	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	16	4	6	11

Окончание таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Четыреххлористый углерод	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14

3 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОМУ ОБОРУДОВАНИЮ, ПОСУДЕ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

3.1 Средства измерений

3.1.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором по ГОСТ 26703-93 с хроматографической колонкой длиной 3 м, вн. диаметром 3 мм (или с капиллярной колонкой длиной 30-50 м).

3.1.2 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

3.1.3 Секундомер (например, "Агат") по ТУ 25-1819. 0021-90.

3.1.4 Линейка измерительная металлическая с ценой деления 1 мм по ГОСТ 427-75.

3.1.5 Термометр жидкостной стеклянный лабораторный (например, ТЛ – 4) по ГОСТ 28498-90.

3.1.6 Шприцы медицинские вместимостью 1, 2, 5 $см^3$ (например, «Рекорд»).

3.1.7 Микрошприцы вместимостью 10 $мм^3$ (например, МШ–10).

3.1.8 Микрошприцы вместимостью 1 $мм^3$ (например, ГАЗОХРОМ).

3.1.9 Колбы мерные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.10 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-5, 1-2-25 по ГОСТ 29169-91.

3.1.11 Пипетки градуированные 1-2-2-0,5, 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-25 по ГОСТ 29227-91.

3.1.12 Цилиндры мерные 1-25-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.13 ГСО состава органических соединений

3.1.13.1 ГСО 7141-95 состава бензола с молярной долей бензола от 99,30 до 99,98 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,20 % при Р=0,95.

3.1.13.2 ГСО 7332-96 состава 1,2-дихлорэтана с молярной долей 1,2-дихлорэтана от 99,60 до 99,98 %, абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,08 % при P=0,95.

3.1.13.3 ГСО 7814-2000 состава толуола с массовой долей толуола от 99,70 до 100,00 %, абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,3 % при P=0,95.

3.1.13.4 ГСО 7288-96 состава хлороформа с молярной долей хлороформа от 99,70 до 99,98 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,06 % при P=0,95.

3.1.13.5 ГСО 7213-95 состава четыреххлористого углерода с молярной долей четыреххлористого углерода от 99,80 до 99,98 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,04 % при P=0,95.

3.1.14 СОП и АО состава органических соединений

3.1.14.1 СОП состава о-ксилола с массовой долей о-ксилола 99,5 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,1 % при P=0,95 (например, СОП 0020-02 СТХ).

3.1.14.2 СОП состава п-ксилола с массовой долей п-ксилола 99,7 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,1 % при P=0,95 (например, СОП 0022-03 СТХ).

3.1.14.3 СОП состава м-ксилола с массовой долей м-ксилола 99,7 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,1 % при P=0,95 (например, СОП 0015-03 СТХ).

3.1.14.4 СОП состава трихлорэтилена с массовой долей трихлорэтилена 99,9 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,1 % при P=0,95 (например, СОП 0038-03 СТХ).

3.1.14.5 СОП состава метиленхлорида с массовой долей метиленхлорида 99,9 % , абсолютная погрешность аттестованного значения ± 0,1 % при P=0,95(например, СОП 0017-03 СТХ).

3.1.14.6 АО 1,1,2-Трихлорэтан, с содержанием основного вещества не менее 99,0 % .

3.2 Вспомогательное оборудование и посуда

3.2.1 Вакуумный насос (например, ВН–5 или ВН–3) по ТУ 26-06-459-69.

3.2.2 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром (например, ШСС или СНОЛ) по ТУ 64-1-909-80, позволяющий поддерживать температуру нагрева (105±2) °С.

3.2.3 Струбцины для зажима пробок флаконов.

3.2.4 Стеклянные флаконы произвольной конструкции с пробками, не адсорбирующими хлорорганические и ароматические соединения (либо с пробками, защищенными тефлоновой лентой), вместимостью 10, 100 $см^3$.

3.2.5 Емкости стеклянные для отбора и хранения проб, вместимостью 1 - 2 $дм^3$.

3.2.6 Колба коническая Кн -1-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

3.3 Реактивы и материалы

3.3.1 Ацетон квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 2603-79.

3.3.2 Винилхлорид с содержанием основного вещества не менее 99,94% ТУ 6-01-14-90.

3.3.3 Винилиденхлорид с содержанием основного вещества не менее 99,94% по ТУ 6-01-19-90.

3.3.4 Воздух сжатый по ГОСТ 17433-80.

3.3.5 Водород (или система ГВЧ, САМ, «Водень» или аналогичные), очищенный для питания ДИП, чистота не менее 98 % по ГОСТ 3022-80.

3.3.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.3.7 Гелий по ТУ 51-490-80 (или азот).

3.3.8 Гексан квалификации "ч.д.а." по ТУ 2631-003-05807999-98.

3.3.9 Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

3.3.10 Хлороформ квалификации "ч.д.а" по ГОСТ 20015-88.

3.3.11 Неподвижная жидкая фаза ФС–16 .

3.3.12 Хроматон N-AW-DMCS,твердый носитель, фр. (0,16 – 0,20) мм.

3.3.13 Стекловата по ГОСТ 4640-93.

Примечания

1. Допускается применение других средств измерений утвержденного типа (в т.ч. использовать взамен ГСО образцы «для хроматографии» с содержанием основного вещества не менее 99,0 %), вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов (в т.ч. импортных), метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

2 При работе с ДЭЗ допускается использование азота с объемной долей кислорода не более $1 \cdot 10^{-4}$ %.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на термодесорбции компонентов из анализируемого образца пробы в замкнутом объеме, последующем газохроматографическом разделении компонентов паровой фазы на насадочной колонке, содержащей в качестве неподвижной жидкой фазы (НЖФ) трифторпропилсиликоновое масло ФС–16. Детектирование хроматографических пиков проводят пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Расчет концентрации каждого из компонентов проводят методом абсолютной градуировки.

Примечания

1. Допускается, в зависимости от конкретного состава объектов анализа, использовать два хроматографа, один из которых обеспечивает разделение "легких" веществ (до ДХЭ включительно) в варианте реализации газовой схемы с обратной продувкой, эксплуатацию заполненных тем же сорбентом (ФС-16 на хроматоне) колонок (форколонки и разделительной колонки) при низких температурах (30–35) °С и сброс "тяжелых" компонентов через линию обратной продувки. Второй хроматограф обеспечивает эффективное разделение "тяжелых" компонентов проб при более высоких температурах (100-110)°С на колонке, заполненной тем же сорбентом.

2. Допускается хроматографическое разделение компонентов проводить с использованием капиллярных колонок.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении анализов соблюдают требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 При работе с электроустановками соблюдают правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности по инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004-15.

5.5 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-08.

5.6 При выполнении измерений соблюдают правила ПБ 03-576-03 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» и требования безопасности, изложенные в техническом описании хроматографа.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

6.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее и (или) среднее специальное химическое образование или (или) опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

6.2 Монтаж и техническое обслуживание хроматографа осуществляют специалисты, имеющие квалификацию не ниже слесаря КИП по обслуживанию хроматографического оборудования, либо лица, осуществляющие эксплуатацию хроматографа по данной методике.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха	от 15 ^{0}С до 25 ^{0}С;
- атмосферное давление	от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха, не более	80 %;
- напряжение переменного тока, В	(220^{+22}_{-33});
- частота переменного тока, Гц	(50±1).

8 ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

8.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.4.02-84 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа», ГОСТ 27753.1-88 «Грунты

тепличные. Методы отбора проб», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность», а также в соответствии с методическими рекомендациями ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-03 «Отбор проб почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, шламов промышленных сточных вод, отходов промышленного производства и потребления» и других нормативных документов, утвержденных и применяемых в установленном порядке.

8.2 Отбор проб технологических отходов

Пробы жидких отходов отбирают с учетом конструкций технологического оборудования, аппаратов, емкостей временного накопления и хранения.

Пробы с технологических площадок накопления и временного хранения твердых, сыпучих отходов отбирают с учетом конструктивных особенностей (глубины, объема, доступности) послойно и не мене чем с пяти точек.

Общий объем отобранных жидких проб должен быть не менее 2 $дм^3$.

Общая масса отобранных твердых проб должна быть не менее 1 кг.

Примечание - Если технологическим регламентом предусмотрены иные требования к отбору проб из технологического оборудования, то пробы отбирают с учетом этих требований, а также с учетом требований к материалу пробоотборников, емкостей для хранения проб, герметичности и т.д.

8.3 Транспортировка и хранение проб

При транспортировке пробы предохраняют от нагревания.

Все пробы отбирают в стеклянные емкости, заполняя их доверху, герметично укупоривают.

Пробы не консервируют. Хранят в тёмном месте.

Срок хранения 6 часов при температуре (5 - 30) °С.

Допускается увеличивать срок хранения до 48 часов при температуре (2–5)°С.

8.4 Подготовка представительной пробы твердых объектов (почв, грунтов, отходов, осадков, шламов и т.д.)

8.4.1 Пробы твердых объектов (почв, грунтов, отходов, осадков и шламов с иловых и шламовых площадок и т.д.), отобранные в соответствии с 8.1, 8.2, тщательно измельчают и перемешивают до однородного состояния следующим образом:

объединенную пробу (не менее 1 кг) тщательно перемешивают перекатыванием на гладкой, гибкой и плотной подстилке (клеёнка, полиэтиленовая пленка), разравнивают совком, а затем осматривают и разрыхляют. В случае обнаружения частиц крупных частиц их измельчают с помощью пестика, шпателя, режут ножницами и т.д. до достижения размера менее 10 мм.

Примечания

1 Процедуры оценки размеров частиц регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики анализируемых объектов (рассев на ситах, оптические анализаторы, палетки – шаблоны, измерительные лупы и т.п.).

Примечания

1 Процедуры оценки размеров частиц регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики анализируемых объектов (рассев на ситах, оптические анализаторы, палетки – шаблоны, измерительные лупы и т.п.).

2 При наличии в пробах крупных неизмельчаемых объектов, их изымают из пробы, и, при необходимости, проводят процедуры получения смывов, которые регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики объектов.

3 При анализе твёрдых сухих проб почв, не поддающихся измельчению в соответствии с процедурами 8.4.1, измельчение проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 11454-15.

8.4.2 Подготовленную по 8.4.1 пробу делят на две части. Одну из частей (не менее 0,5 кг) возвращают в ёмкость для хранения в качестве резервной пробы (срок и условия хранения в соответствии с 8.3), а оставшуюся часть (не менее 0,5 кг) пробы сокращают методом квадратирования. Для этого тщательно перемешанную пробу разравнивают на гладкой ровной поверхности (на клеенке или полиэтиленовой пленке) и делят на равные квадраты (6-9 квадратов). Затем из центра квадратов отбирают примерно одинаковые количества пробы, обеспечивая захват всей толщины слоя, и объединяют их. Минимальная масса представительной пробы должна составлять не менее 120 г.

8.5 Подготовка проб жидких и пастообразных объектов (отходов, осадков, шламов и т.д.)

Пробы жидких и пастообразных объектов (отходов, осадков, шламов и т.д.), отобранные в соответствии с 8.1, 8.2, тщательно гомогенизируют и отбирают не менее 500 $см^3$ представительной пробы для анализа. Такой же объём пробы отбирают и хранят в качестве резервной (срок и условия хранения в соответствии с 8.3).

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Приготовление сорбента

В качестве сорбента используют неподвижную фазу ФС-16 (трифторпропилсиликоновое масло), нанесённую на хроматон N-AW-DMCS (0,16 – 0,2 мм) в количестве (15 ± 3) % от массы носителя.

Взвешивают (100 ± 5) $см^3$ носителя и помещают его в фарфоровую чашку.

Навеску ФС-16 (~ 15% от массы хроматона) количественно растворяют при комнатной температуре в (300 ± 10) $см^3$ хлороформа и заливают этим раствором носитель.

Удаляют растворитель, поместив фарфоровую чашку на водяную баню.

Досушивают сорбент при комнатной температуре в течение 12 часов, а затем при (35 ± 5) °С в сушильном шкафу в течение 2 часов. Готовый сорбент должен быть однородным и сыпучим.

9.2 Заполнение и кондиционирование хроматографических колонок

Две пустые хроматографические колонки длиной 3 м промывают последовательно гексаном, хлороформом, ацетоном. Каждого растворителя берут по (150 – 200) $см^3$. Промытые колонки сушат в течение 1 часа в токе инертного газа при температуре (100 – 150) °С. Заполняют колонки приготовленным сорбентом, используя при этом вакуумный насос и вибратор. Концы колонок закрывают стекловатой. Колонки устанавливают в хроматограф, и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в течение 8 – 10 часов при температуре (130 ± 5)°С при скорости газа носителя 40 - 50 $см^3$/мин.

Примечание - Допускается использование капиллярных колонок. Монтаж и подготовку (кондиционирование) производят в соответствии с технической документацией к хроматографу и колонкам. В качестве неподвижных жидких фаз могут быть использованы ПЭГ, SE-30, SE-54 или другие, обеспечивающие разделение компонентов.

9.3 Установление рабочего режима хроматографа

Подготовку и включение хроматографа проводят, руководствуясь указаниями, приведенными в технической документации на прибор. Хроматограф выводят на режим до получения нулевой линии, с уровнем шумов не более $4 \cdot 10^{-13}$ А.

9.4 Условия проведения измерений

Таблица 2 - Условия проведения измерений

Режимные параметры	Одновременное определение «лёгких» и «тяжёлых» компонентов	Раздельное определение «лёгких» и «тяжёлых» компонентов (по примечанию 1 к п.4)
Температура		
Колонка I	(85 ± 10)°С	(30 ± 5)°С
Колонка II		(100 ± 10)°С
Испаритель	(200 ± 10)°С	(200 ± 10)°С
Детектор	(160 ± 10)°С	(160 ± 10)°С
Расход		
Газа-носителя	(30 ± 5) $см^3$/мин	(30 ± 5) $см^3$/мин
Водорода	(30 ± 5) $см^3$/мин	(30 ± 5) $см^3$/мин
Воздуха	(280 ± 30) $см^3$/мин	(280 ± 30) $см^3$/мин

Примечания

1 Допускается работа как с одной хроматографической колонкой, так и с двумя (дифференциальная схема подключения ДИП). Две колонки (дифференциальную схему) предпочтительнее использовать, если при работе с одной колонкой не удается получить устойчивой нулевой линии (дрейф) на шкале максимальной чувствительности.

2 Температуру колонок, испарителя, детекторов и расходы газов, соответствующие работе хроматографа в режиме максимальной чувствительности, для каждого конкретного экземпляра прибора подбирают варьированием их величин в диапазонах режимных параметров.

3 Эффективность хроматографической системы должна обеспечивать значение критерия разделения пары МХ-ХЛФ не менее 0,8 (при соотношениях концентраций не менее 0,1 и не более 10).

9.5 Градуировка хроматографа

Для градуировки используют многокомпонентные смеси, содержащие МХ, ХЛФ, ЧХУ, ДХЭ, ТХЭен, ТХЭан, ТЛ, КС, БЗ, от 0,02 мг/дм^3 до 100 мг/дм^3 каждого компонента.

Градуировку выполняют, последовательно хроматографируя пробы, отобранные из паровой фазы над водными растворами с различным содержанием анализируемых компонентов. По результатам измерений рассчитывают градуировочные коэффициенты.

9.5.1 Приготовление градуировочных смесей

9.5.1.1 Приготовление раствора органических соединений

Раствор готовят из ГСО (СОП, АО) или чистых компонентов, аттестованных в установленном порядке, следующим образом:

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят навеску ксилола (любого из ксилолов) массой (2,0 ± 0,3) г. Массу КС ($m_{кс}$) определяют по разности масс пустой колбы и колбы с навеской. Результаты взвешивания регистрируют до четвёртого знака после запятой. В эту же колбу вносят последовательно такие же навески ТЛ, ТХЭена, ТХЭана, ДХЭ, ЧХУ, ХЛФ, БЗ, повторяя предыдущие операции и определяя соответствующие навески m_i. Доводят полученный раствор до метки метиленхлоридом, определяют навеску $m_{мх}$ и тщательно перемешивают полученный раствор. Рассчитывают содержание каждого компонента в полученном растворе, X_i, мг/мм^3, по формуле

$$X_i = \frac{m_i}{V}, \qquad (1)$$

где m_i – масса i-го компонента, мг;

V – вместимость мерной колбы, мм^3 (V=25 см^3=25000 мм^3);

Раствор хранят в стеклянной герметичной таре при температуре не выше 10°С.

Срок годности раствора 6 месяцев при температуре (2-8) °С в герметичной таре в защищённом от света месте.

9.5.1.2 Приготовление рабочих градуировочных смесей

9.5.1.2.1 Для приготовления градуировочных смесей в мерные колбы вместимостью 1 дм^3, наполовину заполненные дистиллированной водой, последовательно вводят микрошприцем 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 5,0; 10,0; 25,0; 35,0; 70,0 мм^3 раствора органических соединений, приготовленного по 9.5.1.1, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

Получают градуировочные смеси (№№1-10) в диапазоне массовой концентрации (0,008 · m_i -2,8 · m_i) мг/дм^3, где m_i масса i-го компонента, г, взятая для приготовления раствора органических соединений по 9.5.1.1.

Затем, в мерные колбы вместимостью 100 см^3, наполовину заполненные дистиллированной водой, последовательно вводят микрошприцем 10,0; 25,0; 35,0 мм^3 раствора органических соединений, приготовленного по 9.5.1.1, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Получают градуировочные смеси (№№ 11-13) в диапазоне массовой концентрации (4 · m_i -14 · m_i) мг/дм^3, где m_i масса i-го компонента, г, взятая для приготовления раствора органических соединений по 9.5.1.1.

Затем, в мерные колбы вместимостью 50 см^3, наполовину заполненные дистиллированной водой, последовательно вводят микрошприцем 35,0; 70,0 мм^3 раствора органических соединений, приготовленного по 9.5.1.1, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Получают градуировочные смеси (№№14, 15) в диапазоне массовой концентрации от (28· m_i -56 · m_i) мг/дм^3, где m_i масса i-го компонента, г, взятая для приготовления раствора органических соединений по 9.5.1.1.

Рассчитывают для каждой j-ой смеси (№№ 1-15) содержание каждого i-го компонента, C_{ij}, (мг/дм^3) по формуле

$$C_{ij} = X_{ij,} \cdot V_j / V_{колбы,} \qquad (2)$$

где X_{ij} - содержание i-го компонента в исходной j-ой смеси органических соединений, мг/мм^3;

V_J – объем органической смеси, введенной при приготовлении водной j-ой градуировочной смеси, мм^3;

$V_{колбы}$ - объём мерной колбы использованной для приготовления j-ой градуировочной смеси, дм^3

9.5.1.2.2 В мерные колбы вместимостью 50 см^3 пипетками вместимостью 25 см^3 , 10 см^3, 5 см^3, 1см^3 вносят, соответственно, 25 см^3, 10 см^3, 5 см^3, 1см^3 смеси № 1 и доводят объем до метки дистиллированной водой. При этом получают, соответственно, смеси №№ 16-19.

Рассчитывают для каждой j-ой смеси (№№16 - 19) содержание каждого i-го компонента, Cij, (мг/дм^3) по формуле

$$C_{ij} = C_{i1} \cdot R_j , \qquad (3)$$

где C_{i1} - содержание i-го компонента в смеси № 1 , мг/дм^3;

R_j - коэффициент разбавления смеси №1 (R_{16}=0,5, R_{17}=0,2, R_{18}=0,1).

Рабочие градуировочные смеси используют свежеприготовленными.

9.5.2 Проведение градуировки хроматографа

9.5.2.1 Выводят хроматограф на режим (таблица 2).

9.5.2.2 Вносят в стеклянный флакон вместимостью (10 ± 0,2) $см^3$ пипеткой (5 ± 0,1) $см^3$ водной градуировочной смеси N 1 (с минимальным содержанием органических соединений, $V_{jсм}$ = 0,2 $мм^3$). Флакон закрывают пробкой, зажимают в струбцину.

9.5.2.3 Устанавливают флакон с пробой в термостат (сушильный шкаф) при температуре (100 ± 3) °С на (5 ± 0,5) минут.

9.5.2.4 Извлекают флакон из термостата (сушильного шкафа) и отбирают медицинским шприцем 1 $см^3$ паровой фазы (отбор паровой фазы проводят строго из одной точки - середина флакона и 1 см над водной фазой).

9.5.2.5 Вводят отобранный образец паровой фазы в испаритель хроматографа.

9.5.2.6 Подбирая коэффициент деления усилителя, регистрируют высоты пиков компонентов (ориентировочные значения относительного времени удерживания представлены в Приложении А).

9.5.2.7 Измеряют высоты пиков каждого компонента $h_{i\ изм}$, мм, и приводят их к шкале максимальной чувствительности

$$h_i = h_{i\ изм} \cdot M/M_{min}\ , мм\ , \qquad (4)$$

где $h_{i\ изм}$ - измеренное значение высоты пика i-го компонента, мм;

M - коэффициент деления выходного сигнала, при котором регистрируют пик i- го компонента;

M_{min} - коэффициент деления выходного сигнала, при котором регистрируют пик i- го компонента, полученный при хроматографировании паровой фазы, отобранной над смесью с минимальным содержанием i-го компонента (смесь №1).

9.5.2.8 Повторяют операции по 9.5.2.2 - 9.5.2.7.

9.5.2.9 Находят среднее значение высоты пика каждого из компонентов, полученное из двух определений, h_{ij}. Если относительное расхождение между высотами пиков любого из компонентов превышает половину значения предела повторяемости, r, %, (табл. 1), измерения повторяют. Если после повторения операций по 9.5.2.2 - 9.5.2.7 относительные расхождения между двумя параллельными определениями превышают 0,5r проводят проверку исправности хроматографа в соответствии с техническим описанием и правильности проведения измерений в соответствии с данной методикой. В случае установления неисправности проводятся регламентные ремонтные работы, после чего повторяют операции по 9.5.2.2 - 9.5.2.7.

9.5.2.10 Выполняют операции по 9.5.2.2 - 9.5.2.7, последовательно используя все градуировочные смеси.

9.5.3 Расчет градуировочных коэффициентов

Значения градуировочных коэффициентов, K_i, мг/($дм^3$ ·мм), для каждого i-го компонента рассчитывают методом наименьших квадратов по формуле

$$K_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} C_{ij} \cdot h_{ij}}{\sum_{j=1}^{n} h_{ij}^2}, \qquad (5)$$

где C_{ij} – содержание i-го компонента в j-ой смеси, мг/дм^3;

h_{ij} - среднее значение высоты пика i-го компонента, полученное при хроматографировании j-ой смеси, мм;

n - число градуировочных смесей.

При необходимости, диапазон градуировки разбивают на поддиапазоны и для каждого из них устанавливают градуировочные коэффициенты.

Принимают градуировочный коэффициент хлористого метила, $K_{ХМ}$, равным 0,1 градуировочного коэффициента метиленхлорида, $K_{МХ}$, градуировочный коэффициент винилхлорида, $K_{ВХ}$ - равным 0,03 градуировочного коэффициента метиленхлорида, градуировочный коэффициент винилиденхлорида, $K_{ВДХ}$, равным 0,13 градуировочного коэффициента метиленхлорида, а градуировочные коэффициенты ксилолов ($K_{о\text{-}Кс}$, $K_{м\text{-}Кс}$, $K_{п\text{-}Кс}$) принимают равными.

$$K_{ХМ} = 0{,}1 \bullet K_{МХ};$$
$$K_{ВХ} = 0{,}03 \bullet K_{МХ};$$
$$K_{ВДХ} = 0{,}13 \bullet K_{МХ};$$
$$K_{о\text{-}Кс} = K_{м\text{-}Кс} = K_{п\text{-}Кс}.$$

9.5.4 Контроль градуировочных коэффициентов

Контроль градуировочных коэффициентов проводят при постоянной работе приборов - не реже одного раза в неделю; при периодической работе - перед началом проведения работ, а также после поверки приборов, замены колонок, ремонта и перемещения хроматографа.

При этом хроматографируют три градуировочные смеси, соответствующие нижней, средней и верхней частям диапазона измерений, выполняя измерения в точном соответствии с данной методикой.

Если относительные расхождения между измеренными значениями концентраций каждого из компонентов и концентрациями C_{ij}, рассчитанными по формуле (2), не превышают 0,5δ (таблица 1), в дальнейшем, для измерений используют прежние значения градуировочных коэффициентов K_i, в противном случае повторяют процедуру контроля. При повторном превышении проводят градуировку хроматографа (9.5.1-9.5.3) и в дальнейшем пользуются новыми значениями градуировочных коэффициентов.

Примечания

1. При эксплуатации методики в ограниченном (более узком, чем указано в разделе 1 концентрационном диапазоне допускается сокращать количество градуировочных смесей, градуируя только рабочий диапазон. При этом шаг градуировки не должен быть больше указанного в разделе 9.5.

2. При отсутствии необходимости измерений массовой концентрации (например, при заведомо установленном отсутствии) одного или нескольких компонентов в анализируемых

объектах допускается по данным компонентам не выполнять градуировку, и, соответственно, не вводить их в состав градуировочных смесей.

9.6 Проверка на чистоту флаконов и шприцев

Шприцы для отбора пробы паровой фазы, стеклянные флаконы с резиновыми пробками должны быть перед проведением анализа проверены на отсутствие определяемых компонентов при рабочих параметрах хроматографа. Шприцы проверяют путем ввода из них в прибор 1 $см^3$ азота или гелия.

Флаконы, герметично укупоренные при помощи резиновых пробок, герметизированных полимерной пленкой, и струбцин, продувают азотом или гелием с помощью двух игл от медицинских шприцев в течение (2 – 3) минут. Затем флакон помещают в термостат (сушильный шкаф), нагретый до 100°С на 5 минут. Из флакона проверенным на чистоту шприцем отбирают 1 $см^3$ газа и вводят в хроматограф.

Шприцы и флаконы считаются готовыми к работе при отсутствии хроматографических сигналов измеряемых компонентов. В противном случае шприцы подвергают дополнительной отдувке инертным газом, флаконы и пробки - кипячению, сушке и т.д.

9.7 Определение влажности

Для определения алгоритма проведения измерений оценивают содержание влаги в пробах как отношение массы (объёма) фильтрата к массе (объёму) пробы. Для этого фильтруют 100 г ($см^3$) пробы через фильтровальную бумагу с использованием водоструйного насоса в течение 5 минут.

Если масса (объём) фильтрата 95 г ($см^3$) и более (ориентировочно более 95%) измерения компонентов выполняют непосредственно в пробах по 10.2. Если масса (объём) фильтрата менее 95 г ($см^3$) (ориентировочно менее 95 %) – пробу разбавляют дистиллированной водой по 10.3.

При заведомо очевидном содержании влаги в пробе менее 95 % (порошкообразное, сыпучее, пастообразное, и т.п. состояние) – принимают решение на выполнение измерений по 10.3 без проведения вышеприведённой оценки влажности пробы.

Для пересчёта массы навески на сухую пробу определяют ее влажность как отношение массы воды, удаленной из анализируемой пробы высушиванием до постоянной массы, к массе влажной пробы.

9.7.1 Анализируемую пробу, подготовленную согласно 8.4, 8.5, тщательно перемешивают и делят на две равные части. Одну часть оставляют для выполнения измерений.

9.7.2 Из второй части пробы отбирают навеску: 20 - 100 г для жидких проб и 5 – 20 г для твердых проб - для определения влажности. Результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака.

9.7.3 Пробу помещают в заранее высушенный, взвешенный и пронумерованный бюкс с плотно закрывающейся крышкой или в выпарительную чашку. Пробу жидких осадков (отходов, шламов и т.п.) предварительно выпаривают на водяной бане досуха.

9.7.4 Открытый бюкс (вместе с крышкой) или выпарительную чашку помещают в нагретый сушильный шкаф и высушивают при температуре (105 ± 2) °С в течение 3 – 5 часов. Охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе в течение (30 ± 1) мин, взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

9.7.5 Снова помещают бюкс (или выпарительную чашку) в сушильный шкаф с температурой (105 ± 2) °С на (30 ± 2) мин, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе в течение (30 ± 1) мин и взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

9.7.6 Высушивание проводят до получения разности масс осадка в бюксе (выпарительной чашке) при двух последующих взвешиваниях не более 0,02 г.

9.7.7 Вычисляют влажность анализируемой пробы W по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1}, \qquad (6)$$

где m_1 - масса влажной пробы, (разность масс бюкса (выпарительной чашки) с влажным осадком и пустого бюкса (выпарительной чашки)), г;

m_2 - масса пробы, высушенной при температуре (105 ± 2)°С, (разность масс бюкса (выпарительной чашки) с высушенной пробой и пустого бюкса (выпарительной чашки)), г.

Примечание - Допускается определение влажности проб проводить с использованием ПНД Ф 16.1:2.2:2.3:3.58-08, ГОСТ 28268-89.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Выводят хроматограф на режим (таблица 2).

10.2 Анализ жидких объектов (влажностью более 95 %)

Анализируемые пробы тщательно перемешивают. Пипеткой (пробиркой) вместимостью 5 см^3 отбирают 5 см^3 анализируемой пробы, переносят в стеклянный флакон. Флакон закрывают пробкой, зажимают в струбцину, тщательно перемешивают исследуемый образец и проводят операции по 9.5.2.2 - 9.5.2.8.

Примечание - При высоких концентрациях определяемых хлорорганических и ароматических соединений (при получении аналитического сигнала выше верхней границы диапазона градуировки) производят количественное разбавление исходной пробы жидкого объекта с использованием соответствующей мерной посуды. Разбавление учитывают при расчёте массовой концентрации компонентов в формуле (7).

10.3 Анализ твердых объектов (влажностью менее 95 %)

Из подготовленной по 9.7.1 части пробы, отбирают навеску (0,250 ± 0,01) г (результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака) и переносят в стеклянный флакон. В этот же флакон пипеткой вместимостью 5 см^3 вносят 5 см^3 дистиллированной воды. Флакон закрывают пробкой и зажимают в струбцину. Содержимое флакона тщательно перемешивают в течение 1-2 минут. Проводят операции по 9.5.2.2 - 9.5.2.8, 10.2.

Примечание - При высоких концентрациях определяемых хлорорганических и ароматических соединений (при получении аналитического сигнала выше верхней границы диапазона градуировки) производят количественное разбавление пробы, полученной по 10.3. с

использованием соответствующей мерной посуды. Разбавление учитывают при расчёте массовых долей компонентов в формулах (7) - (10).

10.4 Идентификацию компонентов проводят, используя табличные значения относительного времени удерживания (Приложение А), либо измеренные и рассчитанные для данного прибора и колонки.

Типовые хроматограммы приведены в Приложении Б.

Примечание - Допускается идентифицировать компоненты по абсолютным временам удерживания, хроматографируя (непосредственно перед измерением, либо после измерения) одну из градуировочных смесей (с содержанием компонентов в смеси близким к содержанию компонентов в пробе), а также по временам удерживания, полученным при хроматографировании индивидуальных соединений (при этом амплитуды сигналов, полученных при хроматографировании индивидуальных соединений, должны отличаться от амплитуд сигналов компонентов пробы не более, чем в 5 раз).

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Если обработка результатов осуществляется с использованием программного обеспечения (например, ПО «Хроматэк Аналитик для хроматографов серии «Кристалл»), входящего в комплект хроматографа, то полученные результаты измерений массовой концентрации компонентов, C_i, мг/дм^3, считывают непосредственно с экрана дисплея (с учетом разбавления R, если оно проводилось).

11.2 Если хроматограф не имеет программного обеспечения, массовую концентрацию каждого компонента, C_i, мг/дм^3, в образце исследуемой пробы (для жидких проб влажностью 95 % и более) рассчитывают по формуле

$$C_i = K_i \cdot h_i \cdot R, \qquad (7)$$

где K_i – градуировочный коэффициент i-го компонента, г/см^3

h_i – измеренное среднее значение высоты пика i–го компонента, мм;

R - кратность разбавления пробы (если оно проводилось по 10.2).

Примечание - Допускается пересчет массовой концентрации компонента на массовую долю с учетом плотности пробы.

11.3 Массовую долю каждого компонента в пробах объектов влажностью менее 95 %, C_i, млн$^{-1}$ (мг/кг), вычисляют по формулам

$$C_i = \frac{K_i \cdot h_i \cdot V}{m_i \cdot (1 - W)} \cdot R, \qquad (8)$$

Или

$$C_i = \frac{X_i \cdot V}{m_i \cdot (1 - W)} \cdot R, \qquad (9)$$

где $m_1 \cdot (1-W)$ - масса сухого вещества пробы по 10.3, взятого для анализа (с учетом влажности анализируемой пробы W, по 9.7), г;

V - объем добавленной дистиллированной воды по 10.3 (V = 100 см^3);

X_i - массовая концентрация i-го компонента, мг/дм^3, считанная с экрана дисплея (при наличии ПО)

R - кратность разбавления пробы (по 10.3), R=21.

11.4 Массовую долю каждого компонента, C_i, %, вычисляют по формулам

$$C_i = \frac{K_i \cdot h_i \cdot V \cdot 100}{m_i \cdot (1-W) \cdot 10^6} \cdot R, \quad (10)$$

или

$$C_i = \frac{X_i \cdot V \cdot 100}{m_i \cdot (1-W) \cdot 10^6} \cdot R, \quad (11)$$

11.5 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности. Значение границы абсолютной погрешности приводят с двумя значащими цифрами.

11.6 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |C_{i1} - C_{i2}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2})} \le r_i, \quad (12)$$

где C_{i1}, C_{i2} - результаты параллельных определений содержания i-го компонента, мг/дм^3 (млн$^{-1}$ (мг/кг), %);

r_i - значение предела повторяемости i-го компонента (таблица 1), %.

11.7 Если условие (12) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |C_{i\max} - C_{i\min}| \cdot 100}{(C_{i1} + C_{i2} + C_{i3} + C_{i4})} \le CR_{i0,95}(n), \quad (13)$$

где $C_{i\,max}$, $C_{i\,min}$ – максимальное и минимальное значения содержания i-го компонента из полученных четырех результатов параллельных определений, мг/дм^3, (млн$^{-1}$ (мг/кг), %);

$CR_{i0.95}(n)$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n результатов определений.

$$CR_{i0,95} = f(n)\sigma_{ri}$$

Для n=4

$$CR_{i0,95} = 3,6 \cdot \sigma_{ri}, \quad (14)$$

где $\sigma_{r\,i}$ - относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости i-го компонента (таблица 1), %;

f(n) - коэффициент критического диапазона;

Если условие (13) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

11.8 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{C_i} \pm 0{,}01 \cdot \delta_i \cdot \overline{C_i}\,, \text{ при P=0,95},$$

где $\overline{C_i}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений i-го компонента, признанных приемлемыми , мг/дм^3 (млн$^{-1}$ (мг/кг), %).

$\pm\delta_i$ – границы относительной погрешности измерений i-го компонента, % (таблица1).

11.9 Если полученный результат измерений определяемого компонента ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись: «менее 0,05 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) или 0,000005 % (более 250000 мг/дм^3 (млн$^{-1}$) или 25 %)».

12 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий, при проведении процедур подтверждении компетентности аккредитованных лабораторий, при арбитражных измерениях).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение (резервные пробы).

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right| \cdot 100}{(C_{cp1} + C_{cp2})} \le CD_{0,95}, \qquad (15)$$

где C_{cp1}, C_{cp2} - средние значения массовой концентрации компонента, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3 (млн$^{-1}$, %);

$CD_{0,95}$ - значение критической разности, %, которое рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (16)$$

где R - предел воспроизводимости, %, $R = 2{,}77 \cdot \sigma_R$,
где σ_R – показатель воспроизводимости, % (таблица 1);
r - предел повторяемости, % (таблица 1);
n - количество параллельных определений.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.4).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и показателя правильности по 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

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

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

ОРИЕНТИРОВОЧНЫЕ ЗНАЧЕНИЯ ОТНОСИТЕЛЬНОГО ВРЕМЕНИ УДЕРЖИВАНИЯ

Наименование компонента, определяемого компонента по методике измерений	Относительное время удерживания
Метил хлористый	0,325
Винилхлорид	0,377
Винилиденхлорид	0,420
Метиленхлорид	0,646
Хлороформ	0,893
Бензол	0,913
Углерод четыреххлористый	1,0
1,2-дихлорэтан	1,209
Трихлорэтилен	1,252
Трихлорэтан	2,159
Толуол	2,325
м, п- ксилол	4,116
о-ксилол	5,000

Примечание – Значение времени удерживания устанавливают и проверяют для каждого конкретного прибора, каждой хроматографической колонки.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

ТИПОВЫЕ ХРОМАТОГРАММЫ ПАРОВОЙ ФАЗЫ, СОДЕРЖАЩЕЙ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ И АРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ

Колонка металлическая длиной 3 м, заполнена 15% ФС-16 на хроматоне N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм).

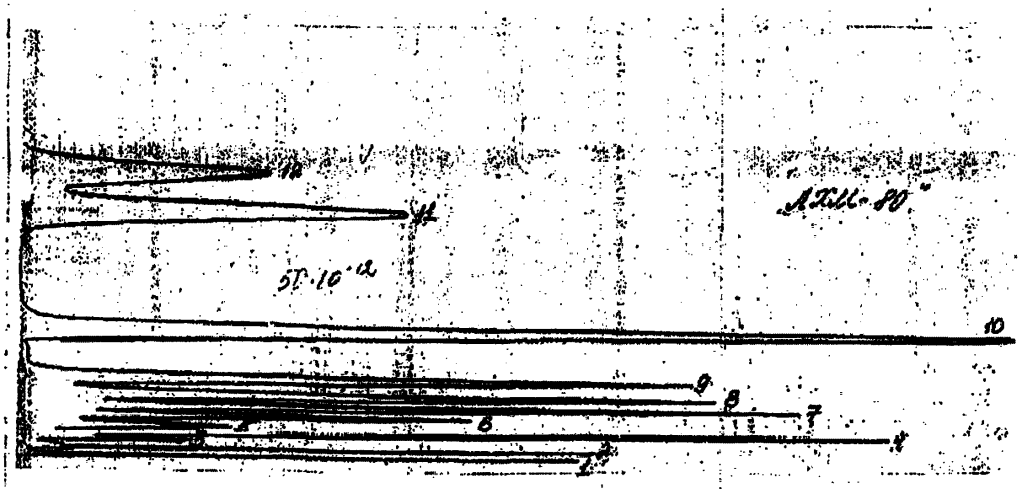


Рис Б.1

1 – ВХ; 2 – ВДХ; 3 – МХ; 4 – ХЛФ; 5 – ДХЭ; 6 – ЧХУ; 7 – БЗ; 8 – ТХЭен; 9 – ТЛ;
10- ТХЭан ; 11 - м + п-КС; 12 – о-КС

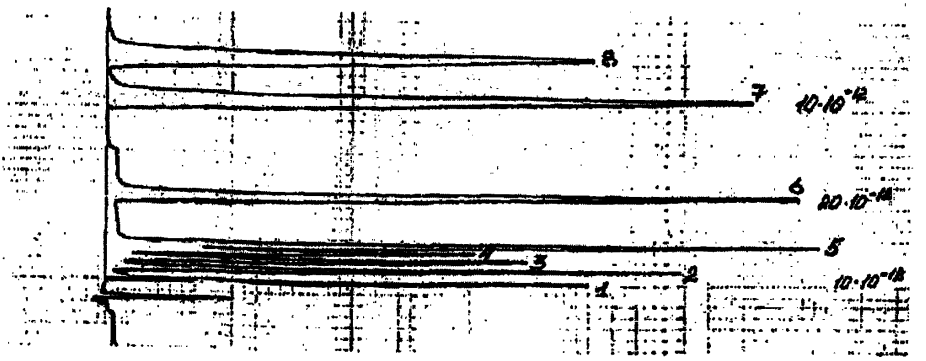


Рис Б.2

1 – МХ; 2 – ХЛФ; 3 – ЧХУ; 4 – ДХЭ; 5 – ТХЭен; 6 – ТЛ; 7- м + п-КС; 8– о-КС;

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ВНИИМС
На метрологической службе с 1900 года

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

119361, Москва, ул. Озерная, 46 Факс: 8 (495) 437 56 66 E-mail: office@vniims.ru

ФГУП «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 205-11/RA.RU.311787-2016/2017

Методика измерений массовой концентрации (доли) винилхлорида, винилиденхлорида, 1,2 – дихлорэтана, метиленхлорида, 1,1,2-трихлорэтана, трихлорэтилена, хлористого метила, хлороформа, четыреххлористого углерода, бензола, толуола, орто-ксилола, суммарного содержания мета – и пара – ксилолов в почвах, грунтах, донных отложениях, иле, осадках сточных вод, шламах, твердых и жидких отходах газохроматографическим методом Р 76/195-2016, разработанная ООО НТФ «Хромос» (115088, г. Москва, ул. Угрешская, д. 2)

и регламентированная в документе: Методика измерений массовой концентрации (доли) винилхлорида, винилиденхлорида, 1,2 – дихлорэтана, метиленхлорида, 1,1,2-трихлорэтана, трихлорэтилена, хлористого метила, хлороформа, четыреххлористого углерода, бензола, толуола, орто-ксилола, суммарного содержания мета – и пара – ксилолов в почвах, грунтах, донных отложениях, иле, осадках сточных вод, шламах твердых и жидких отходах газохроматографическим методом Р 76/195-2016, утвержденном в 2017 г. и содержащем 26 стр.,

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке методики измерений, исследований методики измерений.

теоретическое или экспериментальное исследование Методики измерений, др. виды работ

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

Первый заместитель директора по научной работе Ф.В. Булыгин

Начальник сектора О.Л. Рутенберг

«11» мая 2017 года

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Компонент	Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
		мг/дм^3	млн$^{-1}$	%				
Бензол	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	8	12	22
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	24	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	8	12	22
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
Винилиденхлорид, винилхлорид	Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	26	7	11	19
		-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	22	6	9	17
		-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
	Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	-	-	22	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	5	8	14
	Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	17	4	6	11

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

Приложение № 1 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-1/RA.RU.311787.2016/2017
от 11 мая 2017 года

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, % P=0,95 n=2
	мг/дм³	млн⁻¹	%				
Почвы, грунты, твердые отходы		От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.			23	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.			18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.			15	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	24	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	17	4	6	11
Почвы, грунты, твердые отходы		От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.			23	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.			18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.			15	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

Приложение № 2 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-11/RA.RU.311787/2016/2017
от 11 мая 2017 года

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
	мг/дм^3	млн$^{-1}$	%				
Почвы, грунты, твердые отходы		От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	27	7	11	19
		От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	22	6	9	17
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	20	5	8	14
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.			26	7	11	19
	От 2,5 до 100 включ.			22	6	9	17
	Св. 100 до 250000 включ.			18	5	8	14
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	22	6	9	17
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	20	5	8	14
Почвы, грунты, твердые отходы		От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
		От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
		Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	16	4	6	11
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.			23	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.			18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.			15	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

Приложение № 3 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-11/RA.RU.311787-2016/2017
от 11 мая 2017 года

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, % P=0,95, n=2
	мг/дм^3	млн$^{-1}$	%				
Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
	-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
	-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	24	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11
Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
	-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
	-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	15	4	6	11
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	25	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	-	-	20	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

Приложение № 4 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-14/RA.RU.311787-2016/2017
от 11 мая 2017 года

Таблица 5 – Метрологические характеристики

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, % P=0,95, n=2
	мг/дм³	мдн⁻¹	%				
Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
	-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
	-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	15	4	6	11
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	25	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	-	-	20	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	-	-	18	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	23	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	15	4	6	11
Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
	-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
	-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	22	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	22	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	16	4	6	11

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

Приложение № 5 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-1-1/RA.RU.311787-2016/2017
от 11 мая 2017 года

Таблица 6 – Метрологические характеристики

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) компонента			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
	мг/дм^3	млн$^{-1}$	%				
Почвы, грунты, твердые отходы	-	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	6	9	17
	-	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	5	8	14
	-	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	4	6	11
Жидкие отходы	От 0,05 до 2,5 включ.	-	-	23	6	9	17
	От 2,5 до 100 включ.	-	-	18	5	8	14
	Св. 100 до 250000 включ.	-	-	15	4	6	11
Донные отложения, ил, осадки, шламы	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,05 до 2,5 включ.	От 0,000005 до 0,00025 включ.	25	7	11	19
	От 2,5 до 100 включ.	От 2,5 до 100 включ.	От 0,00025 до 0,010 включ.	20	6	9	17
	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 100 до 250000 включ.	Св. 0,010 до 25 включ.	18	5	8	14

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

gost.e-ecolog.ru