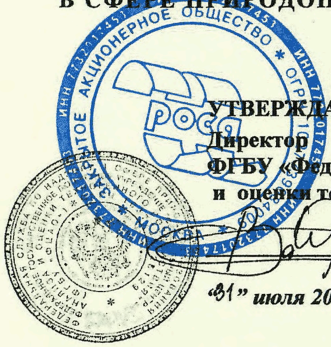
ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ



УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГБУ «Федеральный центр анализа
и оценки техногенного воздействия»

В.Ч. Юранец

«31» июля 2018 г

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЛЕТУЧИХ ГАЛОГЕНОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 14.1:2:4.71-96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(издание 2018 г.)

gost.e-ecolog.ru

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовых концентраций летучих галогенорганических соединений (далее – ЛГС) в пробах питьевых, природных и сточных вод методом газовой хроматографии.

Примечание – Под питьевыми водами подразумеваются воды централизованных и нецентрализованных систем водоснабжения, воды расфасованные в емкости (упакованная питьевая вода), в том числе минеральные воды. Под природными водами подразумеваются поверхностные и подземные воды, в том числе источники питьевого водоснабжения, грунтовые, талые, атмосферные осадки (дождь, снег, град). Под сточными водами подразумеваются воды производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные.

Допускается применение методики для анализа вод бассейнов и аквапарков, технических вод (открытых и закрытых систем технологического водоснабжения), вытяжек (из материалов, используемых в системах водоснабжения, из продукции, изготовленной из полимерных материалов, из укупорочных материалов, из продукции текстиля, меха и кожи, из материалов, используемых при изготовлении игрушек и прочей продукции, изготовленной из полимерных материалов).

Наименование определяемых веществ и диапазоны измерений приведены в таблице 1.

Блок-схема выполнения анализа приведена в приложении А.

Таблица 1 – Наименование и диапазоны измерений определяемых летучих галогенорганических соединений (ЛГС)

№	Наименование определяемых веществ	Диапазоны измерений, мг/дм^3	
		Питьевые и природные воды	Сточные воды
1	Дибромхлорметан	0,0002 – 100	0,001 – 100
2	Дихлорбромметан	0,0002 – 100	0,001 – 100
3	Дихлорметан	0,01 – 100	0,1 – 100
4	1,2-Дихлорпропан	0,01 – 100	0,01 – 100
5	1,2-Дихлорэтан	0,001 – 100	0,01 – 100
6	1,1-Дихлорэтан	0,001 – 100	0,001 – 100
7	1,1-Дихлорэтен	0,0003 – 100	0,0003 – 100
8	транс-1,2-Дихлорэтен	0,01 – 100	0,01 – 100
9	цис-1,2-Дихлорэтен	0,01 – 100	0,01 – 100
10	Тетрахлорметан	0,0001 – 100	0,0002 – 100

№	Наименование определяемых веществ	Диапазоны измерений, мг/дм^3	
		Питьевые и природные воды	Сточные воды
11	1,1,1,2-Тетрахлорэтан	0,0001 – 100	0,001 – 100
12	1,1,2,2-Тетрахлорэтан	0,0003 – 100	0,003 – 100
13	Тетрахлорэтен	0,0001 – 100	0,001 – 100
14	Трибромметан	0,0005 – 100	0,0005 – 100
15	Трихлорметан (хлороформ)	0,0001 – 100	0,002 – 100
16	1,1,1-Трихлорэтан	0,0001 – 100	0,001 – 100
17	1,1,2-Трихлорэтан	0,001 – 100	0,001 – 100
18	Трихлорэтен	0,00005 – 100	0,0001 – 100

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

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

ГОСТ 244-76 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия.

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

ГОСТ 6709-72 [1]Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

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

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ Р 12.1.019-2009. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

[1] с 01.07.2019 г. утратит силу в РФ, пользоваться ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р 56237-2014 Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах.

МУ 2.1.4.2898-11 Методические указания. Санитарно-эпидемиологические исследования (испытания) материалов, реагентов и оборудования, используемых для водоочистки и водоподготовки.

МУК 4.1/4.3.2038-05 Методы контроля. Химические факторы/физические факторы. Санитарно-эпидемиологическая оценка игрушек. Методические указания.

ТУ 6-09-14-2192-85 Метанол - яд (для жидкостной хроматографии). Технические условия.

ТУ 16-681.032-84 Электрошкаф сушильный СНОЛ-3,5.3,5.3,5/3,5-И1. Технические условия.

Примечание – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовых концентраций летучих галогенорганических соединений выполняют методом газохроматографического анализа равновесной паровой фазы («Head Space») с использованием детектора по захвату электронов.

Т а б л и ц а 2 – Значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, %
Питьевые и природные воды			
от 0,00005 до 0,0001 включ.	22	26	52
св. 0,0001 до 0,001 включ.	20	24	48
св. 0,001 до 0,01 включ.	14	18	36
св. 0,01 до 0,1 включ.	10	14	28
св. 0,1 до 1 включ.	8	10	20
св. 1 до 10 включ.	5	7	14
св. 10 до 100 включ.	4	5	10
Сточные воды			
от 0,0001 до 0,001 включ.	24	29	58
св. 0,001 до 0,01 включ.	20	24	48
св. 0,01 до 0,1 включ.	14	18	36
св. 0,1 до 1 включ.	12	15	30
св. 1 до 10 включ.	10	13	26
св. 10 до 100 включ.	8	10	20

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, стандартные образцы:

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Хроматограф газовый, например «Clarus 500» фирмы «Perkin Elmer» (США) в комплекте:

- детектор по захвату электронов (ЭЗД).
- инжектор с делителем потока газа-носителя.
- устройство для автоматического термостатирования, отбора и ввода проб (автосэмплер) для анализа равновесного пара (Head Space), например Turbomatrix 110 фирмы «Perkin Elmer».
- колонка хроматографическая капиллярная на основе фазы цианопропилфенил диметилполисилоксана, например HP-VOC длиной 60 м,

диаметром 0,32 мм, толщиной слоя 1,8 мкм фирмы «Agilent Technologies» (США).

Примечание – Допускается использовать хроматограф любой другой марки, позволяющий проводить измерения с необходимой чувствительностью в условиях, приведенных в п. 10.1.

Примечание – Допускается использовать для термостатирования проб термостат, снабженный регулятором температуры, позволяющий поддерживать температуру (50 – 80) °С, и герметичный газовый шприц вместимостью (1 – 5) $см^3$ для ввода паровой фазы.

5.1.3 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

5.1.4 Генератор азота, позволяющий получать азот высокой чистоты с содержанием кислорода <10 ppm, например UHPN0751E фирмы «Schmidlin» или баллон со сжатым азотом особой чистоты по ГОСТ 9293.

5.1.5 Компьютер персональный, позволяющий работать с программным обеспечением для управления хроматографом, сбора информации и обработки хроматограмм, например «Totalchrom» фирмы «Perkin Elmer».

5.1.6 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

5.1.7 Принтер любой.

5.1.8 Устройство для обжима алюминиевых колпачков на горлышке флакона диаметром 20 мм, например фирмы «Perkin Elmer».

5.1.9 Холодильник бытовой с холодильной камерой, обеспечивающий температуру (2 – 10) °С, и морозильной камерой, обеспечивающий температуру минус (12 – 24) °С.

5.1.10 Шкаф сушильный типа СНОЛ ТУ 16-681.032.

5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Колбы мерные вместимостью 10 $см^3$ с притертыми пробками по ГОСТ 1770, класс точности 2 .

5.2.2 Микрошприцы вместимостью 0,010; 0,050; 0,10; 0,5 и 1,0 $см^3$, например фирмы "Hamilton" (Швейцария).

5.2.3 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227, класс точности 2.

5.2.4 Сосуд стеклянный для хранения очищенной воды с притертой пробкой.

5.2.5 Стаканы стеклянные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.6 Флаконы стеклянные вместимостью (50 – 100) $см^3$ герметично закрывающиеся с завинчивающимися крышками, снабженные прокладками с тефлоновым, полипропиленовым или полиэтиленовым покрытием для отбора и хранения проб воды.

5.2.7 Флаконы стандартные вместимостью 20 $см^3$ для автосэмплера в комплекте с алюминиевыми колпачками и резиновыми прокладками с тефлоновым покрытием.

5.3 Реактивы и материалы

5.3.1 Азот сжатый ос.ч. по ГОСТ 9293.

5.3.2 Воздух сжатый по ТУ 6-21.

5.3.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты) или деионизированная (далее – вода дистиллированная), дополнительно очищенная по 10.3.

Примечание – Допускается использовать для разбавления проб и приготовления градуировочных растворов воду питьевую расфасованную в емкости, не содержащую ЛГС, например минеральную воду «Evian» (Франция).

5.3.4 Метанол «ос.ч» для жидкостной хроматографии по ТУ 6-09-14-2192 или для спектроскопии, например фирмы «MERCK» (Германия).

5.3.5 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) ч.д.а. по ГОСТ 244.

5.3.6 Трубка силиконовая диаметром (3 – 5) мм длиной (30 – 50) см (10.3).

5.4 Стандартные образцы. Аттестованные растворы. Вещества гарантированной чистоты

5.4.1 Стандартные образцы (СО) летучих галогенорганических соединений (таблица 1) с содержанием основного вещества не менее 98 % или в виде растворов с относительной погрешностью аттестованного значения не более 4 %.

5.4.2 Вещества гарантированной чистоты (ВГЧ) летучих галогенорганических соединений (таблица 1) с содержанием основного вещества не менее 98 %

5.4.3 Аттестованные растворы летучих галогенорганических соединений (таблица 1) с относительной погрешностью не более 4 %, например фирм «Supelco», «ChemService» или любой другой.

Примечание – Допускается использование оборудования, материалов и реактивов с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных, в том числе импортных.

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

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

6.5 Отработанные реактивы, растворы, материалы и пробы должны утилизироваться в соответствии с действующими в лаборатории процедурными документами.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, владеющие методом хроматографического анализа, знающие конструкцию, принцип действия и правила эксплуатации данного оборудования.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	(20 – 28) °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25°С

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

9.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ Р 56237. Пробы поверхностных вод, льда и атмосферных осадков (дождь, снег, град) отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Лед, снег и град переводят в талую воду при комнатной температуре. Вытяжки (водные, солевые, буферные и пр.) готовят в соответствии с требованиями, установленными нормативными документами на исследуемый объект.

Отбор проб воды осуществляют в стеклянные флаконы, герметично закрывающиеся завинчивающимися крышками. Флаконы заполняют пробой воды до пробки. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 50 $см^3$.

9.2 Отобранные пробы допускается хранить до начала анализа в течение суток с момента отбора без принудительного охлаждения и консервации. Вытяжки анализируют в течение суток с момента приготовления. Если в указанный срок анализ не начат, то пробы воды и вытяжки могут дополнительно храниться в течение 7 суток при температуре (2 – 10) °С в герметично укупоренных флаконах при отсутствии в месте хранения паров органических растворителей (пары растворителей могут диффундировать через полимерные пробки во флаконы).

Пробу питьевой воды, содержащую остаточный хлор, консервируют на месте отбора, добавляя тиосульфат натрия из расчета (80 – 100) мг на 1 $дм^3$ пробы .

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

- место, дата и время отбора;
- номер пробы;

- должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

10.1 Подготовка аппаратуры

На компьютере в программе управления создают метод анализа с использованием абсолютной градуировки согласно руководству по эксплуатации программного обеспечения. Газовый хроматограф и автосэмплер готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В качестве газа-носителя применяют азот.

Рекомендуемые параметры работы хроматографической системы:

Параметры автосэмплера:

- время термостатирования флакона с пробой:	
при встряхивании флакона с пробой	20 мин
без встряхивания флакона с пробой	30 мин
- давление азота	300 кПа
- время выравнивания давления	3 мин
- время ввода иглы	0,2 мин
- температура термостатирования	70 °С
- температура иглы	90 °С
- температура соединительной линии	110 °С
- время ввода пробы	0,15 мин

Параметры газохроматографического анализа:

- система ввода пробы	деление потока	(1:50 – 1:10)
- температура инжектора		(110 – 150) °С
- температура детектора		(250 – 320) °С
- температура термостата колонок		
начальная		45 °С
конечная		(120 – 150) °С
- выдержка при начальной температуре		(2 – 8) мин
- выдержка при конечной температуре		(2 – 14) мин
- скорость подъема температуры		(10 – 30) °С/мин
- расходы газов		
газа-носителя (азота)		(1 – 2) $см^3$/мин
азота (поддувочного газа)		(15 – 40) $см^3$/мин

Примечание – Допускается изменять параметры хроматографического анализа в зависимости от количества определяемых веществ и используемой хроматографической колонки.

Рекомендуемые условия проведения анализа при определении трихлорметана (хлороформа):

Параметры автосэмплера Turbomatix 110, Turbomatix 40:

- время термостатирования флакона с пробой:
  - при встряхивании флакона с пробой 10 мин
  - без встряхивания флакона с пробой 20 мин
- давление азота 300 кПа
- время выравнивания давления 3 мин
- время ввода иглы 0,2 мин
- температура термостатирования 70 °С
- температура иглы 90 °С
- температура соединительной линии 110 °С
- время ввода пробы 0,15 мин

Параметры газохроматографического анализа:

- система ввода пробы деление потока (1:50 – 1:10)
- температура инжектора (110 – 150) °С
- температура детектора (250 – 320) °С
- температура термостата колонок
  - начальная 45 °С
  - конечная (120 – 150) °С
- выдержка при начальной температуре (2 – 5) мин
- выдержка при конечной температуре (2 – 7) мин
- скорость подъема температуры (10 – 30) °С/мин
- расходы газов
  - газа-носителя (азота) (1 – 2) $см^3$/мин
  - азота (поддувочного газа) (15 – 40) $см^3$/мин

10.2 Подготовка хроматографической колонки

Капиллярную колонку кондиционируют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к колонке. Завершив кондиционирование, колонку подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

10.3 Очистка дистиллированной воды

Для приготовления градуировочных растворов применяют воду (5.3.3), не содержащую ЛГС. При использовании дистиллированной или деионизированной воды ее кипятят в течение 1 ч с одновременным барботированием через нее инертного газа со скоростью (100 – 150) $см^3$/мин. Воду хранят в закрытом стеклянном сосуде с притертой пробкой.

10.4 Приготовление градуировочных растворов

10.4.1 Основные градуировочные растворы с массовой концентрацией ЛГС 1000 мг/$дм^3$

Основные градуировочные растворы каждого ЛГС с массовой концентрацией 1000 мг/$дм^3$ в метаноле готовят из веществ гарантированной чистоты весовым способом или используют в качестве основных растворов СО или аттестованные растворы. Для приготовления растворов из веществ

гарантированной чистоты в мерные колбы вместимостью 10 $см^3$ с (3 – 4) $см^3$ метанола помещают навески по (10,0 ± 0,4) мг дибромхлорметана, дихлорбромметана, дихлорметана, 1,2-дихлорпропана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтена, транс-1,2-дихлорэтена, цис-1,2-дихлорэтена, тетрахлорметана, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтена, трибромметана, трихлорметана, 1,1,1-трихлорэтана, 1,1,2-трихлорэтана и трихлорэтена и доводят объемы растворов до метки метанолом.

Основные градуировочные растворы хранят не более 1 месяца при температуре (2 – 10) °С или не более 6 месяцев при температуре минус (12 – 24) °С в герметично закрытых флаконах. Перед использованием растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

Т а б л и ц а 3 - Приготовление промежуточного градуировочного раствора суммы ЛГС

Наименование ЛГС	Массовая концентрация ЛГС в растворе, используемом для разведения, мг/$дм^3$	Объем раствора, используемого для разведения, $см^3$	Массовая концентрация ЛГС в промежуточном градуировочном р-ре (Спгр), мг/$дм^3$
Дибромхлорметан	100	0,040	0,2
Дихлорбромметан	100	0,040	0,2
Дихлорметан	1000	0,200	10,0
1,2-Дихлорпропан	1000	0,200	10,0
1,2-Дихлорэтан	1000	0,200	10,0
1,1-Дихлорэтан	1000	0,200	10,0
1,1-Дихлорэтен	100	0,060	0,3
Транс-1,2-Дихлорэтен	1000	0,200	10,0
Цис-1,2-Дихлорэтен	1000	0,200	10,0
Тетрахлорметан	100	0,020	0,1
1,1,1,2-Тетрахлорэтан	100	0,020	0,1
1,1,2,2-Тетрахлорэтан	100	0,060	0,3
Тетрахлорэтен	100	0,020	0,1
Трибромметан	1000	0,010	0,5
Трихлорметан (хлороформ)	100	0,020	0,1
1,1,1-Трихлорэтан	100	0,020	0,1
1,1,2-Трихлорэтан	1000	0,200	10
Трихлорэтен	100	0,010	0,05

П р и м е ч а н и е – Допускается в качестве градуировочных растворов использовать растворы с другой массовой концентрацией с корректировкой схемы приготовления растворов.

Т а б л и ц а 4 - Приготовление градуировочной шкалы № 1

Номер р-ра	Спгр*, мг/дм^3	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Наименование ЛГС		Объем промежуточного градуировочного р-ра суммы ЛГС, см^3									Массовая концентрация вещества в градуировочном р-ре, мг/дм^3								
Дибромхлорметан	0,2	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	0,30	—	—	0,0002	0,0004	0,0008	0,0016	0,002	0,004	0,006
Дихлорбромметан	0,2	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	0,30	—	—	0,0002	0,0004	0,0008	0,0016	0,002	0,004	0,006
Дихлорметан	10,0	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
1,2-Дихлорпропан	10,0	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
1,2-Дихлорэтан	10,0	0,001	0,005	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	0,001	0,005	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
1,1-Дихлорэтан	10,0	0,001	0,005	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	0,001	0,005	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
1,1-Дихлорэтен	0,3	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0003	0,0006	0,0012	0,0024	0,003	0,006	—
Транс-1,2-Дихлорэтен	10,0	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
Цис-1,2-Дихлорэтен	10,0	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
Тетрахлорметан	0,1	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	–	—	—		0,0001	0,0002	0,0004	0,0008	0,001	—	—
1,1,1,2-Тетрахлорэтан	0,1	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0001	0,0002	0,0004	0,0008	0,001	0,002	—
1,1,2,2-Тетрахлорэтан	0,3	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0003	0,0006	0,0012	0,0024	0,003	0,006	—
Тетрахлорэтен	0,1	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0001	0,0002	0,0004	0,0008	0,001	0,002	—
Трибромметан	0,5	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0005	0,001	0,002	0,004	0,005	0,010	—
Трихлорметан (хлороформ)	0,1	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0001	0,0002	0,0004	0,0008	0,001	0,002	—
1,1,1-Трихлорэтан	0,1	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	—	—	0,0001	0,0002	0,0004	0,0008	0,001	0,002	—
1,1,2-Трихлорэтан	10,0	0,001	0,005	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	0,20	—	0,001	0,005	0,01	0,02	0,04	0,08	0,1	0,2	—
Трихлорэтен	0,05	—	—	0,01	0,02	0,04	0,08	0,10	—	—	—	—	0,00005	0,0001	0,0002	0,0004	0,0005	—	—

* – массовая концентрация ЛГС в промежуточном градуировочном растворе.

П р и м е ч а н и е – Допускается в качестве градуировочных растворов использовать растворы с другой массовой концентрацией с корректировкой схемы приготовления растворов..

10.4.2 Промежуточные градуировочные растворы ЛГС с массовой концентрацией 100 мг/дм^3

Промежуточные градуировочные растворы дибромхлорметана, дихлорбромметана, дихлорметана, 1,2-дихлорпропана, 1,2-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтана, 1,1-дихлорэтена, транс-1,2-дихлорэтена, цис-1,2-дихлорэтена, тетрахлорметана, 1,1,1,2-тетрахлорэтана, 1,1,2,2-тетрахлорэтана, тетрахлорэтена, трибромметана, трихлорметана, 1,1,1-трихлорэтана, 1,1,2-трихлорэтана и трихлорэтена с массовой концентрацией 100 мг/дм^3 в метаноле готовят из основных градуировочных растворов путем разведения. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 основного градуировочного раствора и доводят объем раствора до метки метанолом.

Промежуточные градуировочные растворы хранят не более 6 месяцев при температуре минус (12 – 24) °С в герметично закрытых флаконах. Перед использованием растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

10.4.3 Промежуточный градуировочный раствор суммы ЛГС

Промежуточный градуировочный раствор суммы ЛГС готовят из основных и промежуточных градуировочных растворов (10.4.1 и 10.4.2) путем разведения в соответствии с таблицей 3. Определяют общий объем основных растворов ЛГС, используемых для разведения ($\sum$V, см^3). В стандартный флакон (5.2.7) пипеткой помещают метанол в таком количестве, чтобы объем промежуточного градуировочного раствора суммы ЛГС составил 20 см^3 (т. е. 20–$\sum$V). Затем флакон герметично закупоривают и с помощью микрошприцев вводят через пробку растворы основных растворов ЛГС. После приготовления раствора пробку заменяют на новую.

Промежуточный градуировочный раствор суммы ЛГС хранят не более 3 месяцев при температуре минус (12 – 24) °С в герметично закрытом флаконе. Перед использованием растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

10.4.4 Промежуточный градуировочный раствор трихлорметана с массовой концентрацией 5 мг/дм^3

Промежуточный градуировочный раствор трихлорметана с массовой концентрацией 5 мг/дм^3 в метаноле готовят путем ввода в стандартный герметично закупоренный флакон (5.2.7), содержащий 20 см^3 метанола, 0,100 см^3 основного раствора трихлорметана. После приготовления раствора пробку заменяют на новую.

Промежуточный градуировочный раствор трихлорметана хранят не более 3 месяцев при температуре минус (12 – 24) °С в герметично закрытом флаконе. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

10.4.5 Градуировочные растворы (шкала № 1)

Градуировочную шкалу готовят в соответствии с таблицей 4 путем ввода в стандартные герметично закупоренные флаконы, содержащие по 10 $см^3$ дистиллированной воды (подготовленной в соответствии с п. 10.3), различных объемов промежуточного градуировочного раствора суммы ЛГС.

Градуировочные растворы шкалы № 1 готовят непосредственно перед использованием.

10.4.6 Градуировочные растворы (шкала № 2).

Градуировочную шкалу готовят в соответствии с таблицей 5 путем ввода в стандартные герметично закупоренные флаконы, содержащие по 10 $см^3$ дистиллированной воды (подготовленной в соответствии с п. 10.3), различных объемов промежуточного градуировочного раствора трихлорметана с массовой концентрацией 5 $мг/дм^3$.

Градуировочные растворы шкалы № 2 готовят непосредственно перед использованием.

Т а б л и ц а 5 - Приготовление градуировочной шкалы № 2 ***(для анализа проб воды с высоким содержанием трихлорметана)***

Номер р-ра	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Массовая концентрация трихлорметана в промежуточном р-ре, $мг/дм^3$	**Объем промежуточного градуировочного р-ра трихлорметана, $см^3$**						**Массовая концентрация трихлорметана в градуировочном р-ре, $мг/дм^3$**					
5,0	0,01	0,02	0,04	0,10	0,15	0,30	0,005	0,01	0,02	0,05	0,075	0,15

10.5 Построение градуировочной характеристики

Градуировку хроматографа проводят в условиях проведения измерений (10.1). В программе управления выбирают режим измерения факторов отклика по методу абсолютной градуировки.

Процедуру градуировки проводят для каждого градуировочного раствора. Затем с помощью программного модуля градуировки управляющей программы строят градуировочные графики для каждого анализируемого вещества и вычисляют относительные градуировочные коэффициенты A_i, которые используют при обработке результатов измерений (12).

При использовании линейной градуировочной характеристики коэффициенты корреляции для каждой градуировочной характеристики должны быть не менее 0,98.

Градуировку хроматографа проводят каждые 2 месяца, а также при замене хроматографической колонки или после ремонта оборудования, повлекшего за собой изменение условий хроматографирования.

Проверку стабильности градуировочной характеристики осуществляют с каждой серией проб по результатам двух параллельных измерений одного из градуировочных растворов градуировочной шкалы № 1 и одного из градуировочных растворов градуировочной шкалы № 2. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение массовой концентрации градуировочного раствора отличается от заданного значения массовой концентрации градуировочного раствора не более чем на 0,84 δ (значение показателя точности δ, см. в табл. 2).

Примечание – Допускается ограничивать обработку результатов измерений контроля стабильности градуировочной характеристики 3-мя показателями. При выборе перечня показателей, по которому предполагается проводить контроль, принимают во внимание следующие факторы: частота обнаружения в реальных пробах; времена удерживания (желательно: начало, середина и конец хроматограммы).

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

Компоненты идентифицируют по абсолютным временам удерживания.

Пример типичной хроматограммы определяемых соединений представлен в приложении Б.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовых концентраций летучих галогенорганических соединений выполняют следующие операции.

11.1 Подготовка аппаратуры

Газовый хроматограф, детектор и автосэмплер выводят на рабочий режим в соответствии с условиями, указанными в п. 10.1. На компьютере в программе управления активизируют метод анализа.

11.2 Подготовка пробы и выполнение измерений

Анализируемую пробу (10 $см^3$) с помощью пипетки вместимостью 10 $см^3$ помещают в стандартный флакон вместимостью 20 $см^3$, герметично

укупоривают, устанавливают в карусель автосэмплера и термостатируют в течение 20 мин при встряхивании флакона с пробой или 30 мин без встряхивания при температуре 70 °С. Отбор проб из флаконов и ввод в газовую линию осуществляется посредством нагреваемой соединительной линии при условиях, указанных в п. 10.1. Для каждой серии проб проводят анализ холостой пробы. В качестве холостой пробы используют 10 $см^3$ воды, подготовленной по 10.3 (или воды «Evian»). По полученной хроматограмме рассчитывают фоновое значение массовой концентрации определяемого вещества. Полученное значение не должно превышать 30% от массовой концентрации нижнего предела определения вещества.

В случае, когда не представляется возможным снизить фоновое значение до максимально допустимого уровня, допускается вычитать фоновое значение определяемого вещества из результата измерения, но при условии, что фоновое значение определяемого вещества не превышает 50% от предела определения. При невозможности обеспечения указанного условия увеличивают значение нижнего предела определения и делают соответствующие записи в документах лаборатории.

Хроматографирование проводят при условиях, указанных в п. 10.1. Компоненты идентифицируют по абсолютным временам удерживания в соответствии с градуировкой. Отклонение абсолютного времени удерживания определяемого компонента от установленного при градуировке не должно превышать 20 с.

Для исключения грубого промаха за счет сбоя в работе автосэмплера и/или разгерметизации флакона, используют два флакона с пробой.

По полученным хроматограммам визуально сравнивают результаты двух измерений. В случае обнаружения на хроматограммах существенных различий (например, по количеству и высоте пиков) устанавливают причину этих расхождений.

Если причиной расхождения является несовпадение позиции пробы в автосаэмплере с номером пробы, то номера проб на хроматограммах приводят в соответствие с правильным порядком их установки в автосэмплер.

Если отклонений в работе автосэмплера не обнаружено, а хроматограммы визуально различаются, то анализ пробы повторяют ещё раз.

В остальных случаях сравнивают суммарные значения массовых концентраций ЛГС двух параллельных измерений. В том случае, когда разница между значениями не превышает 23 % от среднего арифметического значения, за окончательные результаты принимают результаты определения ЛГС из первого флакона. В противном случае выполняют проверку приемлемости результатов измерений по п. 14.1.

В случае, когда массовая концентрация хотя бы одного ЛГС в анализируемой пробе воды выше верхней точки градуировочной характеристики, пробу следует разбавить дистиллированной водой (подготовленной в соответствии с п. 10.3 или воды «Evian») и провести измерение массовой концентрации этого ЛГС повторно. При вычислении результатов измерений необходимо учесть степень разбавления.

Примечание – Оценку результатов параллельных измерений содержаний ЛГС в пробе после разбавления проводят по процедуре описанной выше.

11.3 Подготовка пробы и выполнение измерений при определении одного трихлорметана (хлороформа)

Анализируемую пробу (10 $см^3$) с помощью пипетки вместимостью 10 $см^3$ помещают в стандартный флакон вместимостью 20 $см^3$, герметично укупоривают, устанавливают в автосэмплер и термостатируют в течение 10 мин при встряхивании флакона с пробой или 20 мин без встряхивания при температуре 70 °С. Отбор проб из флаконов и ввод в газовую линию осуществляется посредством нагреваемой соединительной линии. Для каждой серии проб проводят анализ холостой пробы. В качестве холостой пробы используют 10 $см^3$ воды, подготовленной по 10.3 (или воды «Evian»).

Хроматографирование проводят при условиях, указанных в (10.1). Трихлорметан идентифицируют по абсолютному времени удерживания в соответствии с градуировкой. Отклонение абсолютного времени удерживания определяемого компонента от установленного при градуировке не должно превышать 20 с.

В случае, когда массовая концентрация трихлорметана в анализируемой пробе воды выше верхней точки градуировочной характеристики, пробу следует разбавить дистиллированной водой, подготовленной в соответствии с 10.3 или водой «Evian» и провести измерение массовой концентрации трихлорметана повторно. При вычислении результатов измерений необходимо учесть степень разбавления.

Блок-схема выполнения анализа трихлорметана (хлороформа) представлена в приложении Б.

11.4 Подготовка пробы вытяжек и выполнение измерений

Вытяжки готовят в соответствии с нормативными документами, регламентирующими подготовку продукции к испытаниям. Например, по МУК 4.1/4.3.2038 (приложение 2, таблица 2) готовят водные вытяжки при оценке безопасности игрушек; для материалов, используемых в системах водоснабжения, водные вытяжки готовят по МУ 2.1.4.2898 (п. 4). Приготовленные вытяжки анализируют по п. 11.2.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработку результатов измерений массовых концентраций ЛГС выполняют с помощью управляющей программы в соответствии с градуировочными характеристиками или по формуле:

$$X = \frac{S_{xi}}{A_i}, \qquad (1)$$

где X_i – массовая концентрация определяемого i-го ЛГС в анализируемой пробе воды, мг/дм^3;

S_{xi} – площадь пика определяемого i-го ЛГС, мВ·с;

A_i – относительный градуировочный коэффициент, мВ·с·дм^3/мг (10.5).

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений, как правило, в протоколах исследований представляют в виде:

$$X_i \pm \Delta_i, \text{ мг/дм}^3, \ P = 0,95$$

где Δ_i – характеристика абсолютной погрешности результата измерения определяемого i-го ЛГС, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta_i = 0,01 \cdot \delta \cdot X_i, \qquad (2)$$

где δ – значение показателя точности результата измерения, % (таблица 2).

Результаты измерений при занесении в протокол исследований округляют с точностью до:

при массовой концентрации	
от 0,00005 до 0,0001 мг/дм^3 включ.	– 0,000001 мг/дм^3;
св. 0,0001 до 0,001 мг/дм^3 включ.	– 0,00001 мг/дм^3;
св. 0,001 до 0,01 мг/дм^3 включ.	– 0,0001 мг/дм^3;
св. 0,01 до 0,1 мг/дм^3 включ.	– 0,001 мг/дм^3;
св. 0,1 до 1 мг/дм^3 включ.	– 0,01 мг/дм^3;
св. 1 до 10 мг/дм^3 включ.	– 0,1 мг/дм^3;
св. 10 до 100 мг/дм^3 включ.	– 1 мг/дм^3.

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X_{1i}, X_{2i}) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{1i} - X_{2i}|}{X_{1i} + X_{2i}} \leq r \qquad (3)$$

Значения предела повторяемости (r) приведены в таблице 6.

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют их среднее арифметическое значение. При превышении предела повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1i}$, $X_{лаб2i}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми (согласующимися) при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1i} - X_{лаб2i}|}{X_{лаб1i} + X_{лаб2i}} \leq R \qquad (4)$$

Значения предела воспроизводимости (R) приведены в таблице 6.

При выполнении условия (4) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют их среднее арифметическое значение. При превышении предела воспроизводимости используют методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Т а б л и ц а 6 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, %
Питьевые и природные воды		
от 0,00005 до 0,0001 включ.	62	73
св. 0,0001 до 0,001 включ.	56	67
св. 0,001 до 0,01 включ.	39	50
св. 0,01 до 0,1 включ.	28	39
св. 0,1 до 1 включ.	22	28
св. 1 до 10 включ.	14	20
св. 10 до 100 включ.	11	14
Сточные воды		
от 0,0001 до 0,001 включ.	67	81
св. 0,001 до 0,01 включ.	56	67
св. 0,01 до 0,1 включ.	39	50
св. 0,1 до 1 включ.	34	42
св. 1 до 10 включ.	28	36
св. 10 до 100 включ.	22	28

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 В случае регулярного выполнения измерений по методике рекомендуется проводить контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности с помощью контрольных карт в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

Образец для контроля готовят с использованием СО или вещества гарантированной чистоты или аттестованных растворов. Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Примечание – Допускается использовать для построения контрольных карт результаты контроля стабильности градуировочных характеристик.

15.2 Оперативный контроль точности результатов измерений рекомендуется проводить с каждой серией проб, если анализ по методике выполняется эпизодически, а также при возникновении необходимости подтверждения результатов анализа отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений; результата, превышающего ПДК и т.п.).

В качестве образцов для контроля используют образец, приготовленный с использованием СО или вещества гарантированной чистоты аттестованных растворов.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры ($К_{кi}$) с нормативом контроля ($К_i$).

Результат контрольной процедуры $К_{кi}$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$К_{кi} = |X_i - C_i|, \quad (5)$$

где

X_i – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого i-го ЛГС в образце для контроля, мг/дм^3;

C_i – заданное значение массовой концентрации определяемого i-го ЛГС в образце для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля $К_i$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$К_i = \Delta_{лi}, \quad (6)$$

где $\Delta_{лi}$ – характеристика абсолютной погрешности заданного значения массовой концентрации определяемого i-го ЛГС в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_{лi}$ рассчитывать по формуле

$$\Delta_{лi} = 0{,}84 \cdot \Delta_i, \qquad (7)$$

где Δ_i – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики измерений, рассчитанная по формуле (2) для заданного значения массовой концентрации определяемого i-го ЛГС в образце для контроля, мг/дм^3.

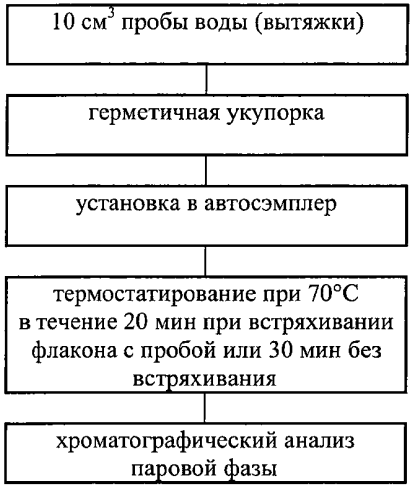
Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_{кi} \le K_i. \qquad (8)$$

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

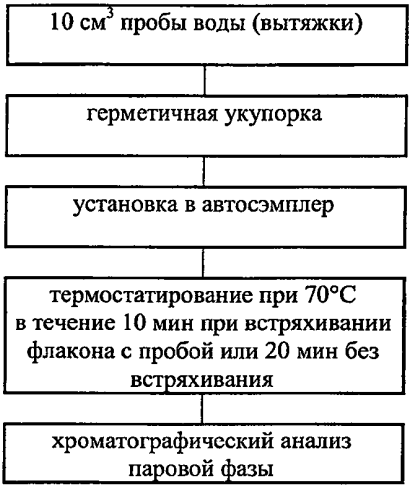
ПРИЛОЖЕНИЕ А

БЛОК-СХЕМА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА ЛЕТУЧИХ ГАЛОГЕНОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ



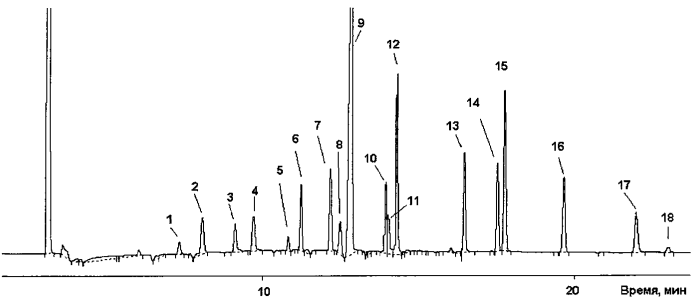
ПРИЛОЖЕНИЕ Б

БЛОК-СХЕМА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА ТРИХЛОРМЕТАНА (ХЛОРОФОРМА)



ПРИЛОЖЕНИЕ В

Пример типичной хроматограммы градуировочного раствора



1 – 1,1-Дихлорэтен
2 – Дихлорметан
3 – транс 1,2-Дихлорэтен
4 – 1,1-Дихлорэтан
5 – цис 1,2-Дихлорэтен
6 – Трихлорметан
7 – 1,1,1-Трихлорэтан
8 – 1,2-Дихлорэтан
9 – Тетрахлорметан
10 – Трихлорэтен
11 – 1,2-Дихлорпропан
12 – Дихлорбромметан
13 – 1,1,2-Трихлорэтан
14 – Дибромхлорметан
15 – Тетрахлорэтен
16 – 1,1,1,2-Тетрахлорэтан
17 – Трибромметан
18 – 1,1,2,2-Тетрахлорэтан

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 88-16207-045-RA.RU.310657-2018

Методика измерений массовых концентраций летучих галогенорганических соединений в пробах питьевых, природных и сточных вод методом газовой хроматографии,

разработанная ЗАО «РОСА» (119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, строение 35),

предназначенная для контроля состава питьевых, природных и сточных вод,

и регламентированная в документе ПНД Ф 14.1:2:4.71-96 (издание 2018 г.) «Методика измерений массовых концентраций летучих галогенорганических соединений в пробах питьевых, природных и сточных вод методом газовой хроматографии», утвержденном в 2018 г., на 24 стр.

Методика измерений аттестована в соответствии с приказом Минпромторга России от 15.12.2015 г. № 4091 и ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований и метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства 09 июля 2018 г.

Заместитель начальника АХУ УрО РАН А.В. Лунин

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А.Игнатенкова

Россия, 620990, г. Екатеринбург, ул. Первомайская, 91
Тел./факс (343) 362-33-97

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-045-RA.RU.310657-2018

об аттестации методики (метода) измерений
массовых концентраций летучих галогенорганических соединений в пробах питьевых, природных и сточных вод методом газовой хроматографии
на 1 листе
(обязательное)

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений определяемой характеристики, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, %
Питьевые и природные воды			
От 0,00005 до 0,0001 включ.	22	26	52
Св. 0,0001 до 0,001 включ.	20	24	48
Св. 0,001 до 0,01 включ.	14	18	36
Св. 0,01 до 0,1 включ.	10	14	28
Св. 0,1 до 1 включ.	8	10	20
Св. 1 до 10 включ.	5	7	14
Св. 10 до 100 включ.	4	5	10
Сточные воды			
От 0,0001 до 0,001 включ.	24	29	58
Св. 0,001 до 0,01 включ.	20	24	48
Св. 0,01 до 0,1 включ.	14	18	36
Св. 0,1 до 1 включ.	12	15	30
Св. 1 до 10 включ.	10	13	26
Св. 10 до 100 включ.	8	10	20

Таблица 2 – Диапазон измерений, наименование определяемого галогенорганического соединения

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений, мг/дм^3	Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений, мг/дм^3	Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений, мг/дм^3	Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений, мг/дм^3
Питьевые и природные воды				Сточные воды			
Дибромхлорметан	0,0002 – 100	Тетрахлорметан	0,0001 – 100	Дибромхлорметан	0,001 – 100	Тетрахлорметан	0,0002 – 100
Дихлорбромметан	0,0002 – 100	1,1,1,2-Тетрахлорэтан	0,0001 – 100	Дихлорбромметан	0,001 – 100	1,1,1,2-Тетрахлорэтан	0,001 – 100
Дихлорметан	0,01 – 100	1,1,2,2-Тетрахлорэтан	0,0003 – 100	Дихлорметан	0,1 – 100	1,1,2,2-Тетрахлорэтан	0,003 – 100
1,2-Дихлорпропан	0,01 – 100	Тетрахлорэтен	0,0001 – 100	1,2-Дихлорпропан	0,01 – 100	Тетрахлорэтен	0,001 – 100
1,2-Дихлорэтан	0,001 – 100	Трибромметан	0,0005 – 100	1,2-Дихлорэтан	0,01 – 100	Трибромметан	0,0005 – 100
1,1-Дихлорэтан	0,001 – 100	Трихлорметан	0,0001 – 100	1,1-Дихлорэтан	0,001 – 100	Трихлорметан	0,002 – 100
1,1-Дихлорэтен	0,0003 – 100	1,1,1-Трихлорэтан	0,0001 – 100	1,1-Дихлорэтен	0,0003 – 100	1,1,1-Трихлорэтан	0,001 – 100
транс-1,2-Дихлорэтен	0,01 – 100	1,1,2-Трихлорэтан	0,001 – 100	транс-1,2-Дихлорэтен	0,01 – 100	1,1,2-Трихлорэтан	0,001 – 100
цис-1,2-Дихлорэтен	0,01 – 100	Трихлорэтен	0,00005 – 100	цис-1,2-Дихлорэтен	0,01 – 100	Трихлорэтен	0,0001 – 100

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН _____ Л.А. Игнатенкова

СертиМет

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации № RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен ПНД Ф предыдущего издания и действует с 1 февраля 2019 года до выхода нового издания.

Сведения о методике переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:
© ЗАО «РОСА», 1996
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7, стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22, телефон/факс: (495) 439-52-13
http:// gost.e-ecolog.ru
e-mail: gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на [illegible] информации данных материалов без письменного разрешения [illegible] ется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

gost.e-ecolog.ru