Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования
Российской Федерации

4.1. Методы контроля. Химические факторы

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТРИЭТИЛ-О-АЦЕТИЛЦИТРАТА В ПРОБАХ ВОДЫ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО И КУЛЬТУРНО-БЫТОВОГО ВОДОПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.026 - 18

Издание официальное

Регистрационный номер по Федеральному реестру в Федеральном информационном фонде
по обеспечению единства измерений ВНИИМС
ФР.1.31.2017.27414

Федеральное медико-биологическое агентство
Москва 2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1. Методические указания разработаны Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт гигиены, токсикологии и профпатологии» Федерального медико-биологического агентства (ФГУП «НИИ ГТП» ФМБА России, г. Волгоград). Разработчики: Вехтер Е.П., Деменкова Е.А., Коренькова Т.Б., Ускова Т.А.

2. Методика измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования методом газовой хроматографии аттестована в соответствии с Федеральным законом от 26 июня 2008 года № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и с ГОСТ Р 8.563-2009 Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», Государственным научным метрологическим институтом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии. Свидетельство об аттестации методики измерений № 222.0066/RA.RU.311866/2017 от 24.04.2017 г.

3. Рекомендованы к утверждению подкомиссией по специальному нормированию Федерального медико-биологического агентства (протокол от 4 апреля 2018 г. № 03/2018).

4. Утверждены и введены в действие Заместителем руководителя ФМБА России, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям В.В. Романовым 4 апреля 2018 г.
(дата)

5. Введены впервые.

Федеральный закон от 30.03.1999 № 52-ФЗ
«О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения»

«Санитарно-эпидемиологические требования – обязательные требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания, условий деятельности юридических лиц и граждан, в том числе индивидуальных предпринимателей, используемых ими территорий, зданий, строений, сооружений, помещений, оборудования, транспортных средств, несоблюдение которых создаёт угрозу жизни или здоровью человека, угрозу возникновения и распространения заболеваний и которые устанавливаются государственными санитарно-эпидемиологическими правилами и гигиеническими нормативами (далее – санитарные правила), а в отношении безопасности продукции и связанных с требованиями к продукции процессов её производства, хранения, перевозки, реализации, эксплуатации, применения (использования) и утилизации, которые устанавливаются документами, принятыми в соответствии с международными договорами Российской Федерации, и техническими регламентами» (статья 1).

«Соблюдение санитарных правил является обязательным для граждан, индивидуальных предпринимателей и юридических лиц» (статья 39).

«За нарушение санитарного законодательства устанавливается дисциплинарная, административная и уголовная ответственность в соответствии с законодательством Российской Федерации» (статья 55).

СОДЕРЖАНИЕ

1	Назначение и область применения	4
2	Нормативные ссылки	6
3	Требования к показателям точности измерений	8
	3.1 Нормы погрешности измерений	8
	3.2 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих	8
4	Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам	8
	4.1 Требования к средствам измерений	8
	4.2 Требования к вспомогательному оборудованию	9
	4.3 Требования к материалам	10
	4.4 Требования к реактивам	10
5	Метод измерений	10
6	Требования безопасности, охраны окружающей среды	11
7	Требования к квалификации операторов	11
8	Требования к условиям измерений	11
9	Подготовка к выполнению измерений	12
	9.1 Подготовка хроматографа	12
	9.2 Подготовка хроматографической колонки	12
	9.3 Приготовление прокаленного натрия сернокислого	12
	9.4 Приготовление растворов	13
	9.4.1 Приготовление исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате	13
	9.4.2 Приготовление рабочего раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовой концентрацией $1{,}0\cdot10^{-1}$ мг/см^3	13
	9.4.3 Приготовление градуировочных растворов триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовыми концентрациями $5{,}0\cdot10^{-4}$; $1{,}0\cdot10^{-3}$; $5{,}0\cdot10^{-3}$; $1{,}0\cdot10^{-2}$; $2{,}0\cdot10^{-2}$ мг/см^3	14
	9.5 Построение градуировочного графика	14
	9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики	14
	9.7 Отбор и хранение проб	15
	9.8 Подготовка проб	15
10	Порядок выполнения измерений	16
11	Обработка результатов измерений	16
12	Оформление результатов измерений	18
13	Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории	19
14	Библиографические данные	21
15	Свидетельство об аттестации методики измерений № 222.0066/RA.RU.311866/2017 от 24.04.2017 г.	22
16	Приложение к Свидетельству об аттестации методики измерений № 222.0066/RA.RU.311866/2017 от 24.04.2017 г.	23

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель руководителя ФМБА России
Главный государственный санитарный врач
по обслуживаемым организациям
и обслуживаемым территориям
_____ В.В.Романов
4 апреля 2018 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. Методы контроля. Химические факторы

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТРИЭТИЛ-О-АЦЕТИЛЦИТРАТА В ПРОБАХ ВОДЫ ВОДНЫХ ОБЪЕКТОВ ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО И КУЛЬТУРНО-БЫТОВОГО ВОДОПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Методические указания по методам контроля
МУК 4.1.026 - 18

1 Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования методом газовой хроматографии в диапазоне измерений от 0,25 до 5,0 мг/дм^3.

Методика разработана и предназначена для специалистов промышленно-санитарных лабораторий и центров гигиены и эпидемиологии, осуществляющих санитарно-химический контроль загрязнения триэтил-О-ацетилцитратом воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования в районах производства и использования триэтил-О-ацетилцитрата.

Методика может быть использована в других аккредитованных лабораториях, специализирующихся на проведении аналогичных исследований, после подтверждения соответствия процедуры измерений при реализации методики установленным требованиям согласно Р 50.2.060-2008 [1].

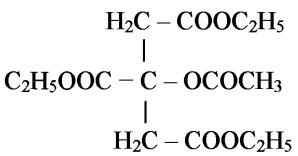
Триэтил-О-ацетилцитрат. Химическое название вещества по IUPAC: Триэтил -2-ацетилоксипропан-1,2,3-трикарбоксилат. Регистрационный номер CAS: 77-89-4.

Синонимы: триэтил-2-ацетилцитрат; ацетилтриэтилцитрат; 2- (ацетилокси) -1,2,3-пропантрикарбоновой кислоты триэтиловый эфир; триэтилацетилцитрат; АТЕС; триэтиловый эфир О-ацетиллимонной кислоты.

Триэтил-О-ацетилцитрат – бесцветная или желтоватая прозрачная жидкость.

Брутто-формула: $C_{14}H_{22}O_8$.

Структурная формула:



Молекулярная масса: 318,32 а.е.м.
Температура кипения: 288 °С (760 мм рт. ст.) [2]; 132 °С (1 мм рт. ст.) [3].
Относительная плотность d^4_{20}: 1,137.

Триэтил-О-ацетилцитрат является горючим веществом. Температурные пределы воспламенения 125-162 °С. Температура самовоспламенения 355 °С.

Триэтил-О-ацетилцитрат растворим в спиртах, ацетоне, этилацетате, эфире и уксусной кислоте. Не растворим в воде. При взаимодействии со щелочами подвергается гидролизу.

Триэтил-О-ацетилцитрат применяется как пластификатор эфиров целлюлозы, поливинилацетата, поливинилбутираля.

При контакте с кожей и слизистыми оболочками глаз обладает раздражающим действием [2,3].

Нижний предел измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды составляет 0,25 мг/дм^3.

Диапазон измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды составляет от 0,25 до 5,0 мг/дм^3.

Продолжительность анализа составляет 2,5 часа.

© ФМБА России
© ФГУП «НИИ ГТП» ФМБА России

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

Приказ Минздравсоцразвития России от 12.04.2011 № 302н «Об утверждении перечней вредных и (или) опасных производственных факторов и работ, при выполнении которых проводятся обязательные предварительные и периодические медицинские осмотры (обследования), и Порядка проведения обязательных предварительных и периодических осмотров (обследований) работников, занятых на тяжелых работах и на работах с вредными и (или) опасными условиями труда».

ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

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

ГОСТ 9293-74. Азот газообразный и жидкий. Технические условия.

ГОСТ 4166-76. Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 9147-80. Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

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

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

ГОСТ 29227-91. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77). Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

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

ГОСТ Р 51477-99. Тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ. Технические условия.

ГОСТ 27384-2002. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.

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

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

ГОСТ OIML R-111-1-2009. Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования.

ГОСТ Р 8.563-2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений.

ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

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

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

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

Примечание – При пользовании настоящей методики целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменён (изменен), то при пользовании настоящей методики следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 Нормы погрешности измерений

Нормы погрешности измерений - в соответствии с ГОСТ 27384-2002.

3.2 Приписанные характеристики погрешности измерений и её составляющих

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значение характеристики погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений, мг/дм^3	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости, $\sigma_{r,o}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости[1], $\sigma_{R,o}$, %	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности P=0,95, $\pm\delta_c$, %	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности P=0,95, $\pm\delta$, %
от 0,25 до 1,0 вкл.	8	11	6	22
св. 1,0 до 5,0 вкл.	6	8	6	17

Значения показателя точности методики используют при:
- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в конкретной лаборатории;
- проверке квалификации лаборатории.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (СИ), вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

4.1 Требования к средствам измерений

1. Комплекс аппаратно-программный для медицинских исследований на базе хроматографа «Хроматэк – Кристалл 5000», (регистрационный номер по Госреестру СИ № 18482-08) исполнения 2, с пламенно-ионизационным детектором, ТУ 9443-004-12908609-99, и программным обеспечением Хроматэк Аналитик 214.00045-51И. Предел детектирования ПИД не превышает $2\cdot10^{-12}$ г/с по гептану.

2. Микрошприц МШ-10 вместимостью $1{,}0\cdot10^{-2}$ см^3 (Госреестр СИ № 8235-00), цена деления $0{,}2\cdot10^{-3}$ см^3, погрешность ± 5 %, ТУ 6-2000 5Е2.833.106.

3. Весы лабораторные общего назначения утвержденного типа, высокого класса точности, пределы допускаемой погрешности ± 0,5 мг, наибольший предел взвешивания 220 г; ГОСТ Р 53228-2008.

[1] - значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=2).

4. Весы лабораторные общего назначения утвержденного типа, среднего класса точности, предел допускаемой погрешности ± 0,1 г, наибольший предел взвешивания 1500 г; ГОСТ Р 53228-2008.

5. Набор гирь от 1 до 100 г класса точности F1, ГОСТ OIML R-111-1-2009.

6. Колбы мерные: 2-10-2; 2-25-2, ГОСТ 1770-74.

7. Пипетки градуированные: 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-2-2-5, ГОСТ 29227-91.

8. Дозатор ДПОП-1-20-200 переменного объема 0,02-0,20 $см^3$, предел допускаемой погрешности ± 1,5 % (Госреестр СИ № 41939-09), ТУ 9443-008-33189998-2009.

9. Дозатор ДПОП-1-100-1000 переменного объема 0,1-1,0 $см^3$, пределы допускаемой погрешности ± 1,0 %, (Госреестр СИ № 41939-09), ТУ 9443-008-33189998-2009.

10. Цилиндры мерные: 1-10-1, 1-100-1, ГОСТ 1770-74.

11. Пробирка градуированная: П-2-25-14/23 ХС, ГОСТ 1770-74.

4.2 Требования к вспомогательному оборудованию

1. Колонка капиллярная кварцевая DB-5 (фаза: 5% фенил – 95 % диметилполисилоксан) длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной фазы 0,25 мкм, фирмы «Agilent Technologies», США.

2. Генератор водорода для питания водородом пламенных детекторов газовых хроматографов, производительность 10 л/час; максимальное выходное давление водорода 400 кПа, потребляемая мощность не более 120 Вт.

3. Компрессор для питания воздухом пламенных детекторов газовых хроматографов, номинальное рабочее давление воздуха 180 кПа, производительность при номинальном давлении 1,5 л/мин, потребляемая мощность не более 125 Вт.

4. Воронка делительная ВД-3-250 ХС, ГОСТ 25336-82.

5. Колба коническая Кн 1-100-29/32 ТС, ГОСТ 25336-82.

6. Печь муфельная № 8 ПМ-8, ТУ 79337-77.

7. Сушильный шкаф электрический СНОЛ-3,5.3,5.3,5/3,5-И2М, с погрешностью измерения температуры ± 2 °С, ОСТ 16.0.801.397-87.

8. Холодильник «Samsung» RB 32 FERNCSS, имп.

9. Ложка 1, ГОСТ 9147-80.

10. Стакан В-1-250 ТС, ГОСТ 25336-82.

11. Чашка выпарительная 3, ГОСТ 9147-80.

12. Штатив для крепления Ш1, ТУ 64-1-707-76 Е.

13. Бутылка из темного стекла с пробкой под винтовую резьбу БВ-1000, ГОСТ Р 51477-99.

14. Бутылка из стекла с притертой пробкой БН-100, ГОСТ Р 51477-99.

15. Эксикатор 1-140, ГОСТ 25336-82.

4.3 Требования к материалам

1. Фильтры беззольные «белая лента», ТУ 2642-001-13927158-2003.

4.4 Требования к реактивам

1. Триэтил-О-ацетилцитрат с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %, ТУ 84-07509103.459-96.

2. Этилацетат, массовая доля основного вещества не менее 99,9 %, фирмы «Panreac», кат. № 221881.1612.

3. Натрий сернокислый безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

4. Кальций хлористый (обезвоженный), ч., ТУ 6-09-4711-81.

5. Азот газообразный, особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

6. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов и вспомогательного оборудования, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

3 При наличии стандартного образца утвержденного типа состава триэтил-О-ацетилцитрата с требуемыми характеристиками, доступного к свободному обращению на рынке, применяют соответствующий стандартный образец утвержденного типа вместо реактива (триэтил-О-ацетилцитрата). Сведения об утвержденных типах стандартных образцов содержатся в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

5 Метод измерений

Измерение массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования выполняют методом газовой хроматографии с регистрацией аналитического сигнала пламенно-ионизационным детектором. Анализ осуществляют после извлечения триэтил-О-ацетилцитрата из воды методом жидкость-жидкостной экстракции этилацетатом.

Идентификацию пика триэтил-О-ацетилцитрата на хроматограмме осуществляют по времени удерживания определяемого компонента.

Для количественного расчета хроматограмм применяют метод абсолютной градуировки.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды водных объектов хозяйственно–питьевого и культурно–бытового водопользования должны быть соблюдены требования безопасности, охраны окружающей среды, изложенные в инструкции по технике безопасности при работе с триэтил-О-ацетилцитратом и типовой инструкции по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

К работе с триэтил-О-ацетилцитратом допускаются лица не моложе 18 лет.

Поступающие на работу, а также работающие с триэтил-О-ацетилцитратом должны проходить:

- предварительное обучение безопасным методам работы и правилам обращения с защитными средствами;
- специальный инструктаж по технике безопасности с соответствующей записью в установленном порядке согласно ГОСТ 12.0.004-2015;
- предварительные и периодические медицинские осмотры согласно приказу Минздравсоцразвития России от 12.04.2011 № 302н «Об утверждении перечней вредных и (или) опасных производственных факторов и работ, при выполнении которых проводятся обязательные предварительные и периодические медицинские осмотры (обследования), и Порядка проведения обязательных предварительных и периодических осмотров (обследований) работников, занятых на тяжелых работах и на работах с вредными и (или) опасными условиями труда».

Все образующиеся продукты в результате выполнения работ по данной методике (отработанные растворы, твёрдые отходы и пр.) утилизируются. Утилизацию растворов, твердых отходов и проб воды, содержащих триэтил-О-ацетилцитрат, после выполнения измерений проводят в соответствии с нормативным документом по утилизации растворов, твёрдых отходов и проб компонентов ракетного топлива, разработанным в организации.

При работе с электроустройствами соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019-2009 и руководством по эксплуатации приборов.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним специальным химическим образованием, прошедших обучение методу газовой хроматографии, проверку знаний, имеющих опыт работы в лаборатории и допуск к работе по данной методике измерений и технике безопасности.

8 Требования к условиям измерений

8.1 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
– относительная влажность воздуха (30 – 80) % при 20 °С;
– атмосферное давление (84,0 – 106,7) кПа;
– напряжение в сети (220 ± 10) В;
– частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения не должно превышать гигиенические нормативы.

8.2 При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия хроматографического анализа:

- температура детектора.....	(275 ±1) °С;
- температура испарителя	(250 ±1) °С;
- температура термостата колонок.....	программирование в режиме от 100 °С (выдержка 1 мин) до 210 °С со скоростью 7 °С /мин, затем подъем температуры до 250 °С со скоростью 20 °С /мин; время анализа 30 мин;
- объёмный расход газа-носителя (азота о.ч.).....	(2,5 ±0,1) $см^3$/мин;
- объёмный расход водорода.....	(25,0 ±1,0) $см^3$/мин;
- объёмный расход воздуха.....	(250,0 ±10,0) $см^3$/мин;
- инжектируемый объём.....	$1 \cdot 10^{-3}$ $см^3$ (в режиме без сброса пробы – 1 мин; затем деление потока 1:8).

9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

9.1 Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

9.2 Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку подсоединяют к испарителю хроматографа, не подключая к детектору, и кондиционируют в режиме «поверка», нагревая в термостате хроматографа ступенчато с 50 °С до 270 °С в течение 2-х часов и выдерживая при температуре термостата колонок 270 °С в течение 6 часов. Кондиционирование проводят при объёмном расходе газа-носителя (2,5±0,1) $см^3$/мин. Затем выход колонки подсоединяют к детектору и устанавливают режим работы хроматографа в соответствии с разделом 8.

9.3 Приготовление прокаленного натрия сернокислого

100 г натрия сернокислого безводного помещают в фарфоровую чашку и прокаливают в муфельной печи при температуре 300 °С в течение 6-ти часов. По окончании прокаливания нагрев печи отключают, фарфоровую чашку с сульфатом натрия быстро переносят в эксикатор, на дне которого находится небольшое количество безводного хлористого кальция (около 50 г). Эксикатор закрывают и охлаждают сульфат натрия до комнатной температуры. Прокаленный реактив помещают для хранения в герметичную бутылку вместимостью 100 $см^3$ с притертой пробкой.

Срок хранения прокаленного натрия сернокислого составляет 1 месяц.

9.4 Приготовление растворов

9.4.1 Приготовление исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате

Исходный раствор триэтил-О-ацетилцитрата с массовой концентрацией в диапазоне (0,9-1,1) мг/см^3 готовят в этилацетате объемно-весовым методом из образца триэтил-О-ацетилцитрата (п. 4.4). Для этого взвешивают на весах высокого класса точности мерную колбу вместимостью 25 см^3, вносят в нее с помощью микрошприца или микропипетки (25,0 ±2,5) мг триэтил-О-ацетилцитрата, закрывают колбу пробкой и снова взвешивают. По разности результатов взвешивания вычисляют точную массу навески (q, мг). В колбу с навеской триэтил-О-ацетилцитрата приливают 10 см^3 этилацетата, плавными вращательными движениями растворяют навеску, доводят содержимое колбы до метки этилацетатом и тщательно перемешивают.

Массовую концентрацию триэтил-О-ацетилцитрата в исходном растворе ($C_{исх.р-р}$, мг/см^3) рассчитывают с учетом его массовой доли в исходном реактиве по формуле:

$$C_{исх.\ р-р} = \frac{q \cdot k}{V_{колбы} \cdot 100}, \qquad (1)$$

где q – масса навески триэтил-О-ацетилцитрата, мг;
k – массовая доля триэтил-О-ацетилцитрата в исходном реактиве, %;
$V_{колбы}$ – объем мерной колбы, см^3 (25 см^3).

Срок хранения приготовленного исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате составляет не более 30 суток при температуре не выше 8 °С.

9.4.2 Приготовление рабочего раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовой концентрацией $1{,}0 \cdot 10^{-1}$ мг/см^3

Рабочий раствор триэтил-О-ацетилцитрата с массовой концентрацией $1{,}0 \cdot 10^{-1}$ мг/см^3 готовят из исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате путем разбавления соответствующей аликвоты этого раствора этилацетатом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

Объем исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата ($V_{исх.\ р-р}$) рассчитывают по формуле:

$$V_{исх.\ р-р} = \frac{C_{раб.\ р-р} \cdot V_{колбы}}{C_{исх.\ р-р}}, \qquad (2)$$

где $C_{раб.\ р-р}$ – заданная концентрация рабочего раствора триэтил-О-ацетилцитрата ($1{,}0 \cdot 10^{-1}$ мг/см^3), которую необходимо получить, мг/см^3;
$V_{колбы}$ – объем мерной колбы, см^3 (25 см^3).

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят рассчитанную по формуле (2) аликвоту исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата пипеткой вместимостью 5,0 см^3. Раствор в колбе доводят до метки этилацетатом и тщательно перемешивают.

Срок хранения приготовленного рабочего раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате при температуре не выше 8 °С составляет 2 недели.

9.4.3 Приготовление градуировочных растворов триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовыми концентрациями $5{,}0\cdot10^{-4}$; $1{,}0\cdot10^{-3}$; $5{,}0\cdot10^{-3}$; $1{,}0\cdot10^{-2}$; $2{,}0\cdot10^{-2}$ мг/см^3

Для приготовления градуировочных растворов триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовыми концентрациями $5{,}0\cdot10^{-3}$; $1{,}0\cdot10^{-2}$; $2{,}0\cdot10^{-2}$ мг/см^3 используют рабочий раствор триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовой концентрацией $1{,}0\cdot10^{-1}$ мг/см^3. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 см^3 вносят соответственно 0,5; 1,0 и 2,0 см^3 рабочего раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовой концентрацией $1{,}0\cdot10^{-1}$ мг/см^3 пипетками вместимостью 1,0 и 2,0 см^3, доводят раствор до метки этилацетатом и тщательно перемешивают.

Для приготовления градуировочных растворов триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовыми концентрациями $5\cdot10^{-4}$; $1{,}0\cdot10^{-3}$ мг/см^3 используют градуировочный раствор триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовой концентрацией $1{,}0\cdot10^{-2}$ мг/см^3. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 см^3 вносят соответственно 0,5 и 1,0 см^3 градуировочного раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовой концентрацией $1{,}0\cdot10^{-2}$ мг/см^3 пипеткой вместимостью 1,0 см^3, доводят раствор до метки этилацетатом и тщательно перемешивают.

Срок хранения приготовленных градуировочных растворов триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате при температуре не выше 8 °С составляет не более 7 дней.

9.5 Построение градуировочного графика

Приготовленные градуировочные растворы триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате с массовыми концентрациями $5{,}0\cdot10^{-4}$; $1{,}0\cdot10^{-3}$; $5{,}0\cdot10^{-3}$; $1{,}0\cdot10^{-2}$; $2{,}0\cdot10^{-2}$ мг/см^3 (согласно п. 9.4.3) анализируют на хроматографе два раза, инжектируя по $1\cdot10^{-3}$ см^3 каждого из градуировочных растворов.

Определяемый компонент идентифицируют по времени удерживания.

Ориентировочное время удерживания триэтил-О-ацетилцитрата – 10,9 мин.

С использованием стандартной программы сбора и обработки хроматографической информации измеряют на хроматограмме площадь пика триэтил-О-ацетилцитрата. Аналитические сигналы (по каждому раствору) усредняют.

В соответствии с описанием к системе автоматической обработки данных строят градуировочную зависимость площади хроматографического пика (усредненного значения) от массовой концентрации (мг/см^3) введенного в хроматограф градуировочного раствора триэтил-О-ацетилцитрата.

Градуировочный график должен быть линейным. Проверку линейности следует проводить по действующим нормативным документам, регламентирующим установление градуировочных характеристик средств измерений [4].

9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно (перед анализом каждой серии рабочих проб), а также при смене колонки, реактивов и т.д.

Образцами для контроля стабильности градуировочной характеристики являются градуировочные растворы, приготовленные по п. 9.4.3. Используют не менее двух градуировоч-

ных растворов. Данную процедуру выполняют два раза для каждого из двух градуировочных растворов.

С использованием стандартного программного обеспечения прибора для каждого градуировочного раствора в автоматическом режиме определяют массовые концентрации триэтил-О-ацетилцитрата ($C_{изм.гр.1}$ и $C_{изм.гр.2}$, мг/см^3) и находят их среднее арифметическое значение ($\overline{C}_{изм.гр.}$, мг/см^3):

$$\overline{C}_{изм.гр.} = \frac{C_{изм.гр.1} + C_{изм.гр.2}}{2} \quad (3)$$

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| \overline{C}_{изм.\,гр.} - C_{гр.}| \leq K_{гр}, \quad (4)$$

где $\overline{C}_{изм.гр.}$ – результат контрольного измерения массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в градуировочном растворе, мг/см^3;

$C_{гр.}$ – значение массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в градуировочном растворе, мг/см^3;

$K_{гр}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, мг/см^3.

$$K_{гр} = 0{,}01 \cdot \delta_{гр} \cdot C_{гр.}, \quad (5)$$

где $\delta_{гр}$ - относительная погрешность построения градуировочного графика, равная 14 %.

Если условие стабильности градуировочного графика (4) не выполняется только для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого градуировочного раствора с целью исключения результата, содержащего грубый промах.

При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики градуировочный график строят заново.

9.7 Отбор и хранение проб

Отбор проб воды для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 31861-2012.

Пробы воды (объемом не менее 1,0 дм^3) отбирают в химически чистые емкости из темного стекла с завинчивающимися крышками, предварительно промытые раствором моющего средства и дистиллированной водой, высушенные в сушильном шкафу при температуре 150 °С.

Срок хранения отобранных проб воды при температуре не выше 8 °С составляет не более 2-х суток.

9.8 Подготовка проб

Доставленную в лабораторию пробу воды отфильтровывают через бумажный фильтр «белая лента». Фильтрат пробы объемом 100 см^3, отмеренный при помощи мерного цилиндра вместимостью 100 см^3, помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 36 г хлористого натрия и растворяют соль при перемешивании. Затем к полученному раствору приливают 10 см^3 этилацетата мерным цилиндром вместимостью 10 см^3, закрывают

воронку пробкой и экстрагируют в течение 10 минут, медленно переворачивая воронку и периодически осторожно сбрасывая пары растворителя через кран.

После разделения слоёв открывают пробку, нижний водный слой сливают в стакан вместимостью 250 $см^3$, а верхний экстрактный слой переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$.

Затем водный слой возвращают в делительную воронку, приливают 10 $см^3$ этилацетата мерным цилиндром вместимостью 10 $см^3$ и проводят повторную экстракцию в течение 10 минут. После разделения слоёв открывают пробку, нижний водный слой отбрасывают, а верхний слой растворителя объединяют в колбе с первым экстрактом.

Делительную воронку дополнительно обмывают 3,0 $см^3$ этилацетата и объединяют с основным экстрактом. К объединенному экстракту добавляют для осушки 3-4 г прокаленного сульфата натрия и сушат в течение 5-ти минут.

Содержимое колбы переносят с помощью пипеточного дозатора переменного объема 0,1-1,0 $см^3$ в градуированную пробирку вместимостью 25 $см^3$.

Затем обмывают стенки колбы небольшим количеством (0,5-1,0 $см^3$) этилацетата, переносят промывной раствор в пробирку с экстрактом и доводят объем экстракта в пробирке до 25 $см^3$ этилацетатом.

10 Порядок выполнения измерений

Выполнение измерений проводят в условиях в соответствии с п. 8.

Анализ экстракта пробы, подготовленного в соответствии с п. 9.8, проводят на хроматографе два раза, инжектируя по $1 \cdot 10^{-3}$ $см^3$.

Определяемый компонент идентифицируют по времени удерживания.

Ориентировочное время удерживания триэтил-О-ацетилцитрата приведено в п. 9.5.

С использованием стандартной программы сбора и обработки хроматографической информации измеряют на хроматограмме площадь пика триэтил-О-ацетилцитрата.

11 Обработка результатов измерений

11.1 С использованием стандартной программы обработки данных определяют массовые концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в экстракте пробы ($C_{экстр.1}$ и $C_{экстр.2}$, мг/$см^3$) и находят их среднее арифметическое значение ($\overline{C}_{экстр.}$, мг/$см^3$):

$$\overline{C}_{экстр.} = \frac{C_{экстр.1} + C_{экстр.2}}{2} \qquad (6)$$

11.2 Результат единичного анализа – массовую концентрацию триэтил-О-ацетилцитрата (X, мг/$дм^3$) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\overline{C}_{экстр.} \cdot V_{экстр.} \cdot 10^3}{V_{воды} \cdot b}, \quad (7)$$

где $\overline{C}_{экстр}$ – среднее арифметическое значение результатов двух определений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в экстракте пробы, найденных по градуировочному графику, мг/см^3;
$V_{экстр.}$ – объем экстракта, полученный в соответствии с п. 9.8, см^3 (25,0 см^3);
10^3 – коэффициент пересчёта см^3 в дм^3;
$V_{воды}$ – объем фильтрата анализируемой пробы воды, см^3 (100 см^3);
b – коэффициент, учитывающий потери вещества на стадиях пробоподготовки, равный 0,95.

11.3 За результат измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробе ($\overline{X}$, мг/дм^3) принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений X_1 и X_2, полученных в условиях повторяемости:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \quad (8)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r_o \cdot \overline{X}, \quad (9)$$

где r_o – относительное значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений, % (таблица 2).

При невыполнении условия (9) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений.

Если при этом расхождение ($X_{max} - X_{min}$) результатов четырех параллельных определений равно или меньше критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, выраженного в абсолютных единицах по формуле (10), то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений ($\overline{X}_4$, мг/дм^3).

$$CR_{0,95}(4) = 0{,}01 \cdot CR_{0,95}(4)_{,o} \cdot \overline{X}_4 \quad (10)$$

Значение критического диапазона для четырех результатов параллельных определений в относительных единицах ($CR_{0,95}(4)_{,o}$, %) приведено в таблице 2.

Если расхождение ($X_{max} - X_{min}$) больше значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, выраженного в абсолютных единицах по формуле (10), в качестве окончательного результата измерений может быть принята медиана четырех результатов параллельных определений. Кроме того, целесообразно выяснить причины появления неприемлемых результатов параллельных определений и устранить их.

11.4 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости, выраженного в абсолютных едини-

цах (относительно среднего значения двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости).

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости в относительных единицах приведены в таблице 2.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и МИ 2881-2004 [5].

Таблица 2 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений), r_o, %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения для четырех результатов параллельных определений), $CR_{0,95}(4)_o$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях), R_o, %
от 0,25 до 1,0 вкл.	22	29	30
св. 1,0 до 5,0 вкл.	17	22	22

12 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009.

Результаты измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробе $\overline{X}$, мг/дм^3, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего документа):

$$\overline{X} \pm \Delta, \quad P=0,95 \qquad (11)$$

где $\overline{X}$ – результат измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата, полученный в соответствии с процедурами разделов 9.8, 10 и 11, мг/дм^3;

Δ – абсолютная погрешность измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата, мг/дм^3, вычисляемая по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \qquad (12)$$

где δ – относительная погрешность измерений массовой концентрации определяемого компонента, по таблице 1, %.

Примечание - Числовые значения результата измерений оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение показателя точности методики измерений (абсолютной погрешности измерений массовой концентрации определяемого компонента, с числом значащих цифр не более двух).

Допустимо результат измерений представлять в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta_{л}, \qquad P=0,95\ , \tag{13}$$

при условии $\Delta_{л}<\Delta$, где $\Delta_{л}$ – значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящей методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3.

Примечание – При необходимости (в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, раздел 5.2) для результата измерений $\overline{X}$ указывается количество параллельных определений и способ установления результата измерений.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль процедуры измерений;
– контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.2 Оперативный контроль процедуры измерений проводят на основе контроля внутрилабораторной прецизионности и погрешности методики.

13.2.1 Контроль внутрилабораторной прецизионности осуществляют путем сравнения результатов измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробе, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности, выраженного в абсолютных единицах:

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le 0,01 \cdot R_{л,о} \cdot \overline{\overline{X}}, \tag{14}$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ – результаты измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробе, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, мг/дм^3;

$\overline{\overline{X}}$ – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробе, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности, мг/дм^3;

$R_{л,о}$ – относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности, %.

Значение $R_{л,о}$ (%) может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории.

При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.2.2 Контроль погрешности с использованием образцов для контроля

Образцы для контроля (ОК) готовят путем внесения соответствующих аликвот исходного раствора триэтил-О-ацетилцитрата в этилацетате, подготовленного по п. 9.4.1, при помощи пипеточных дозаторов переменного объема 0,1-1,0 и 0,02-0,20 $см^3$ в пробы воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования объемом 100 $см^3$, не содержащие триэтил-О-ацетилцитрата.

Образцы для контроля используют в течение рабочего дня.

Подготовку ОК к выполнению измерений проводят в соответствии с п. 9.8. Выполнение измерений проводят в соответствии с п. 10.

Контроль погрешности осуществляют путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К. Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \overline{X} - С, \quad (15)$$

где $\overline{X}$ – результат измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в ОК – среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (9), мг/$дм^3$;
С – массовая концентрация триэтил-О-ацетилцитрата в ОК, мг/$дм^3$.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_л, \quad (16)$$

где $\Delta_л$ – абсолютное значение характеристики погрешности результатов измерений, соответствующее массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в ОК, мг/$дм^3$, рассчитанное по формуле:

$$\Delta_л = 0{,}01 \cdot \delta_л \cdot C, \quad (17)$$

где $\delta_л$ – относительная погрешность измерений массовой концентрации определяемого компонента, %.

Значение $\delta_л$ (%) может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|К_к| < К \quad (18)$$

При невыполнении условия (18) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (18) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.3 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

14 Библиографические данные

1 Р 50.2.060-2008. Рекомендации по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизированных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям. – М.: Стандартинформ, 2008. – 27 с.

2 ТУ 84-07509103.459-96. Триэтил-О-ацетилцитрат (триэтиловый эфир О-ацетиллимонной кислоты). Технические условия.

3 Вредные вещества в окружающей среде. Кислородсодержащие органические соединения. Часть III / под ред. В.А. Филова, Б.А. Ивина, Ю.И. Мусийчука. – СПб: АНО НПО «Профессионал», 2004. – 308 с.

4 РМГ 54-2002. ГСИ. Характеристики градуировочные средств измерений состава и свойств веществ и материалов. Методика выполнения измерений с использованием стандартных образцов. – Екатеринбург: УНИИМ, 2004. – 9 с.

5 МИ 2881-2004. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа. – Екатеринбург: УНИИМ, 2004. – 17 с.

002666

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0066/RA.RU.311866/2017

Методика измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах
наименование методики, включая указание измеряемой величины, шкалы величины (шкалы измерений),
воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового
объекта, диапазона и реализуемый способ измерений и, при необходимости, наименование дополнительных параметров
водопользования методом газовой хроматографии,

разработанная ФГУП "НИИ ГТП" ФМБА России (400048, г. Волгоград, ул. Землячки,12),
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику

содержащаяся в методических указаниях ФМБА России "Методика измерений массовой
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования методом газовой хроматографии",

год утверждения - 2017, 21 с.

Аттестация проведена на основе экспериментальных исследований.
теоретических и (или) экспериментальных исследований

Методика измерений аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга от 15.12.2015 г. № 4091

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений соответствует метрологическим требованиям, приведенным в Федеральном законе от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ "Об обеспечении единства измерений"
в Приказе Минпромторга от 15.12.2015 г. № 4091, ГОСТ Р 8.563-2009.
другие нормативные правовые акты Российской Федерации, нормативные документы (при наличии)

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л., являющемся неотъемлемой частью настоящего свидетельства.

Директор **С.В. Медведевских**

Зав. лабораторией **Ю.В.Канаева**

Дата выдачи 24.04.2017

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: unim@unim.ru

МЕТРОН

На 1 листе
Лист 1 из 1

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0066/ RA.RU.311866/2017
об аттестации методики измерений массовой концентрации триэтил-О-ацетилцитрата в пробах воды водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования методом газовой хроматографии

1. Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений, мг/дм^3	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости, $\sigma_{r,o}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости[1], $\sigma_{R,o}$, %	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности P=0,95, $\pm\delta_c$, %	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности P=0,95, $\pm\delta$, %
от 0,25 до 1,0 вкл.	8	11	6	22
св. 1,0 до 5,0 вкл.	6	8	6	17

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений). r_o, %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения для четырех результатов параллельных определений), $CR_{0,95}(4)_o$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях), R_o, %
от 0,25 до 1,0 вкл.	22	29	30
св. 1,0 до 5,0 вкл.	17	22	22

И.о.зав.лаб.222 ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог (сертификат № RUM 02.33.00508-3) Ю.В. Канаева

Дата выдачи: 24.04.2017

[1] значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=2).

gost.e-ecolog.ru