МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ САНИТАРИИ И ГИГИЕНЫ

СОГЛАСОВАНО
Зам. директора БелГИМ
В.Т. Лобко
«__» 2001 г.

УТВЕРЖДАЮ
Главный Государственный
санитарный врач
Республики Беларусь,
зам. министра
здравоохранения
В.Н. Филонов
11 июня 2001 г.
№ 128-0010

МЕТОДИКА
выполнения измерений концентраций
бенз(а)пирена в воде методом
жидкостной хроматографии

МВИ.МН 1489-2001

Директор ГУ НИИСиГ,
профессор
М.А. Соколов
«__» 2001 г.

Минск 2001

gost.e-ecolog.ru

Учреждение-разработчик:

Государственное учреждение научно-исследовательский институт санитарии и гигиены,
отдел физико-химических исследований
Заведующий отделом Марусич Н.И.
(017) 284-13-73

Авторы:

Заведующий отделом физико-химических исследований, кандидат химических наук — Н.И. Марусич

Научный сотрудник — Н.П. Левошук

Рецензенты:

Зав. лабораторией исследования вод ГорЦГЭ — А.М. Крицкая

Зав. лабораторией ФХМИ ГорЦГЭ — Н.К. Гапанович

Старший научный сотрудник РНПЦ по ЭОК и ЗОП, к.х.н. — А.Л. Перцовский

Отв. за выпуск: зав. отделом физико-химических исследований
ГУ НИИСиГ Марусич Н.И.

АННОТАЦИЯ

Методика выполнения измерений концентраций бенз(а)пирена в воде основана на экстракции его из воды органическим растворителем, с последующим хроматографированием очищенного экстракта на жидкостном хроматографе в обращенно-фазовом режиме с использованием флюоресцентного детектора при длине волны возбуждения 360 нм, измерения - 420 нм, или анализатора «Флюорат-02» как флюоресцентного детектора к жидкостному хроматографу «Милихром».

Методика предназначена для санэпиднадзора Министерства здравоохранения Республики Беларусь, научно-исследовательских работ, связанных с определением бенз(а)пирена в воде.

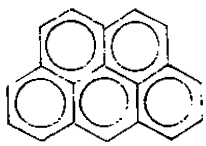
Методика утверждена Министерством здравоохранения Республики Беларусь в качестве официального документа.

Введение

Настоящий методика устанавливают метод выполнения измерений концентраций бенз(а)пирена в природных и питьевых водах в диапазоне концентраций 0,002 - 0,1 мкг/дм^3.

1. Краткая характеристика вещества.

Химическое название вещества - бенз(а)пирен, бензо(а)пирен, 3,4-бензо(а)пирен,
Молекулярная масса 252,32. Эмпирическая формула: $C_{20}H_{12}$.
Структурная формула:



Химически чистый бенз(а)пирен представляет собой светло-желтый аморфный порошок, без запаха. Температура плавления 177С. Растворим в хлороформе, бензоле, спирте, ацетоне, ацетонитреле. Растворы его в бензоле имеют голубую флуоресценцию. λ_{max} поглощения - 290 нм.

Бенз(а)пирена относится к классу ароматических соединений с конденсированными кольцами, является одним из углеводородов каменноугольных смол и высококипящих фракций нефтепродуктов. Высоко канцерогенное вещество, 1-го класса опасности.

ПДК в воде 0,005 мкг/дм^3.

2. Нормы погрешности.

Настоящая МВИ обеспечивает выполнение измерения концентраций бенз(а)пирена в воде с погрешностью ±26% отн. при доверительной вероятности 0,95. Чувствительность метода по бенз(а)пирену - 0,0001 мкг в анализируемом объеме. Степень экстракции бенз(а)пирена из воды - 81%.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

3.1. Средства измерений.

Жидкостной хроматограф с флуоресцентным детектором, либо жидкостной хроматограф «Милихром -4УФ»
с флуоресцентным детектором «Флуорат-02» ТУ 4321-001-20506233-94
с чувствительностью по бенз(а)пирену в ацетонитриле не менее 0,0002 мкг/см^3,
СКО высот пиков - 1%

Весы аналитические ВЛР-200, 2кл	ГОСТ 24104-80Е
Меры массы, Г-2-210	ГОСТ 7328-73
Лупа измерительная ЛИ 3-10-Х, цена деления 0,1 мм	ГОСТ 25706-83
Пипетки, 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10	ГОСТ 29227-91
Колба мерная 2-100-2	ГОСТ 1770-74
Цилиндр, 1-100-2, 1-1000-2	ГОСТ 1770-74

3.2. Вспомогательные устройства.

Делительная воронка, ВД-1-1000	ГОСТ 25336-82
Пробирки П-2-15-14/23ХС	ГОСТ 1770-74
Стакан химический, В-1-150-ТС	ГОСТ 25336-82
Стаканчик для взвешивания,СН-34/12	ГОСТ 25336-82
Воронка лабораторная В-56-80 ХС	ГОСТ 25336-82
Колба, О-50-14/23, ТС	ГОСТ 25336-82
Колба, $К_н$ -1-100-14/29, ТС, $К_н$ -1-250-24/29,ТС	ГОСТ 25336-82
Колба, П-1-2000-29/32,ТС	ГОСТ 25336-82
Испаритель ротационный ИР-1М	ТУ 25-11-917-76

Могут быть использованы другие средства измерений и вспомогательные устройства, по точности не уступающие рекомендуемым в методике.

3.3. Материалы и реактивы.

Бенз(а)пирен, 98%	Фирма «Fluka»
Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-1092-83
Гексан, х.ч.	ТУ 6-09-3375-78
Спирт этиловый, ректификованный	ГОСТ 5962-67
Натрий сернокислый, ч.д.а.	ГОСТ 4166-76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Фильтр беззольный (красная лента)	ТУ 6-09-1678-86
Калий марганцовокислый, ч.д.а.	ГОСТ 20490-75
Ацетон, ч.д.а.	ГОСТ2603-79
Кислота серная, ч.д.а.	ГОСТ 4204-77
Натрий гидроокись, х.ч.	ГОСТ 4328-77
Натрий хлористый, х.ч.	ГОСТ 4233-77
Калий двухромовокислый, х.ч.	ГОСТ 4220-75

Могут быть использованы реактивы-эквиваленты по квалификации не уступающие указанным в методике, не влияющие на результат измерения.

4. Метод измерений.

Метод определения бенз(а)пирена в воде основан на экстракции его из образца воды гексаном и определением методом жидкостной хроматографии с использованием флуоресцентного детектора при длине волны возбуждения 360 нм и измерения 420 нм, колонки, заполненной Сепароном $С_{18}$ и подвижной фазы ацетонитрил + вода в соотношении 85:15 (% об.)

Нафталин, антрацен, другие полиароматические соединения и коэкстрактивные вещества определению не мешают.

5. Требования безопасности.

Анализ по данной методике должен выполняться согласно инструкции "Основные правила безопасности работы в химических лабораториях". М., Химия, 1979 г., и инструкций по эксплуатации жидкостного хроматографа и анализатора «Флюорат-02».
Растворы бенз(а)пирена должны храниться в холодильнике в герметично закупоренной емкости. По окончании работы, а также при попадании раствора на кожу или на стол не-

обходимо смыть загрязнение водой с моющим средством, а затем обработать участок кожи и рабочий стол этиловым спиртом.

6. Требования к квалификации оператора.

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее специальное образование или лица со средним специальным образованием, изучившие работу на жидкостном хроматографе и настоящую методику.

7. Условия выполнения измерений.

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при следующих условиях: температура воздуха (20 ± 5) ^{0}С, атмосферном давлении 630-800 мм.рт.ст. и влажности воздуха не более 80%.

Выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

8. Подготовка к выполнению измерений.

8.1. Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка стеклянной посуды, подготовка измерительной аппаратуры, проверка растворителей на оптическую чистоту и их очистка, приготовление растворов, построение градуировочного графика, отбор проб и обработка проб воды

8.2 Подготовка стеклянной посуды.

Новые пробирки, пипетки, колбы, цилиндры заливают хромовой смесью на 1-2 часа, затем промывают водопроводной водой, ополаскивают ацетоном и дистиллированной водой, сушат в сушильном шкафу. После каждого анализа использованную посуду подвергают той же обработке. Чистая посуда должна храниться в закрытом виде и желательно использовать ее только для этого анализа. Краны и шлифы делительных воронок должны быть тщательно обезжирены гексаном и обработаны хромовой смесью, затем большим количеством воды. Для смазки шлифованных поверхностей допустимо использовать дистиллированную воду или концентрированную серную кислоту.

8.3. Приготовление холостой пробы для проверки чистоты реактивов.

В делительную воронку помещают 1000 см^3 дистиллированной воды и выполняют все операции, описанные в п.9 данной МВИ. Реактивы считаются чистыми, если на хроматограмме на месте выхода бенз(а)пирена отсутствует какой-либо пик. Если он есть, то постадийно находят источник загрязнения (гексан, дистиллированная вода, раствор хлорида натрия) и устраняют его.

8.4. Очистка и контроль чистоты гексана.

В делительную воронку вливают 1000см^3 гексана и 20 см^3 концентрированной серной кислоты, энергично встряхивают ~ 3 мин. После разделения двух слоев серную кислоту сливают в стакан и выливают. Операцию повторяют еще дважды. Затем гексан промывается один раз 0,1н раствором едкого натра и несколько раз дистиллированной водой, до исчезновения окраски лакмусовой бумажки. Гексан подвергают перегонке.

Контроль пригодности гексана для выполнения анализа проводят путем упаривания 150 $см^3$ его досуха на роторном испарителе, колбу смывают 1 $см^3$ ацетонитрила. 50 мкл полученного раствора вводят в хроматограф при условиях п.8.7. Растворитель считается пригодным, если пик на месте выхода бенз(а)пирена в полученном растворе не обнаруживается. В противном случае растворитель необходимо заменить или подвергнуть тщательной перегонке вторично.

8.5. Очистка ацетонитрила.

Ацетонитрил очищают от примесей, поглощающих в УФ-области, кипячением с перманганатом калия и перегонкой. В колбу вместимостью 2 $дм^3$ помещают 1,5 $дм^3$ ацетонирила и 30 г $KMnO_4$, кипятят с обратным холодильником 1 ч, перегоняют с дефлегматором, отбирая фракции по 200 $см^3$. Когда в кубе останется около 200 $см^3$ продукта, перегонку прекращают. Остаток можно смешивать с новой порцией растворителя. Первую фракцию отбрасывают , а остальные проверяют на поглощение. Для этого заполняют рабочую кювету детектора по очереди водой высшей очистки и испытуемым растворителем (сравнительная кювета заполнена воздухом). Чем меньше при этом разница показаний самописца, тем выше качество растворителя. Такая очистка обеспечивает отсутствие шума на нулевой линии прибора.

8.6. Приготовление растворов.

8.6.1. Подвижная фаза для жидкостного хроматографа (элюент).

Элюент готовят в конической колбе на 100 $см^3$, куда вливают 85 $см^3$ свежеперегнанного ацетонитрила (п.8.3.) и 15 $см^3$ свежеперегнанного бидистиллята. Смесь хорошо перемешивают, предварительно закрыв колбу пробкой. Для дегазации колбу с элюентом помещают на 10 мин на водяную баню при 40-50^{0}С, открыв при этом пробку. После охлаждения колбы до комнатной температуры, подвижная фаза готова к применению. Элюент должен быть всегда закрыт пробкой и хранят его в холодильнике.

Дегазацию можно проводить путем пропускания через него гелия с расходом 20 $см^3$/мин в течение 5-10 мин.

8.6.2. Раствор натрия хлористого, 20% по массе.

Раствор готовят растворением 20 г хлорида натрия в 80 $см^3$ воды. Раствор фильтруют через фильтр «розовая лента». Срок хранения 3 месяца.

8.6.3. Хромовая смесь.

В фарфоровый стакан вносят 50 г двухромовокислого калия и осторожно по частям, тщательно перемешивая при этом стеклянной палочкой, вливают 1 $дм^3$ концентрированной серной кислоты. Хромовая смесь применяется для мытья посуды.

8.6.4. Основной стандартный раствор бенз(а)пирена в ацетонитриле с концентрацией 100 мкг/$см^3$.

В стаканчике для взвешивания взвешивают 0,01 г бенз(а)пирена с точностью 0,0001 г. Количественно, с помощью ацетонитрила, переносят навеску в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, вливают ~30 $см^3$ ацетонитрила, энергично взбалтывают до полного растворения бенз(а)пирена , доводят объем в колбе до метки ацетонитрилом. Раствор хранят в холодильнике. Срок хранения 1 год.

8.6.5. Рабочий стандартный раствор бенз(а)пирена в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/см^3.

Раствор указанной концентрации приготавливают соответствующим разведением основного стандартного раствора п.8.6.4. 1 см^3 этого раствора вносят в мерную колбу на 100 см^3, объем до метки доводят ацетонитрилом. Используют свежеприготовленный раствор.

8.6.6. Градуировочные растворы бенз(а)пирена.

Градуировочные растворы бенз(а)пирена в ацетонитриле с концентрацией 0,1; 0,05; 0,025; 0,0125; 0,01; 0,005; 0,002 мкг/см^3 готовят в пробирках вместимостью 15 см^3, используя рабочий стандартный раствор п.8.6.5., соответственно табл.1. Растворы бенз(а)пирена и ацетонитрил в пробирки вносят пипетками. Пробирки закрывают и энергично встряхивают. Растворы используют свежеприготовленные, которые хранению не подлежат.

Таблица 1.

Номер раствора	Объем рабочего стандартного раствора, см^3	Объем ацетонитрила, см^3	Концентрация бенз(а)пирена в градуировочном растворе, мкг/см^3
1	1,0	9,0	0,100
2	0,5	9,5	0,050
3	5 см^3 раствора №3	5,0	0,025
4	5 см^3 раствора №4	5,0	0,0125
5	2 см^3 раствора №3	8,0	0,010
6	5 см^3 раствора №6	5,0	0,005
7	4 см^3 раствора №7	6,0	0,002

8.7. Построение градуировочного графика.

Градуировочный график, выражающий зависимость высоты хроматографического пика от концентрации бенз(а)пирена в ацетонитрильном растворе, устанавливают по шести сериям растворов, каждая из которых состоит из 7-и концентраций.

Условия хроматографического анализа.

Условия хроматографирования:

Температура термостата колонки..... комнатная

Скорость подачи элюента..... 150 мкл/мин

Объем вводимой пробы ..... 50 мкл

Условия детектора флуоресценции:

Длина волны..возбуждения.....360 нм

Длина волны..измерения.....420 нм

Условия детектора «Флюорат-02»

Канал возбуждения (320 нм)	светофильтр №1
Канал регистрации (460 нм)	светофильтр ХЗ
«N»	50
Напряжение ФЭУ	F1 - 01
	F6 - 04

Параметры режима записи (размах шкалы и смещение нуля самописца) устанавливают по результатам пробного хроматографирования раствора бенз(а)пирена.

Каждый раствор бенз(а)пирена вводят в инжектор хроматографа дважды. Измеряют высоты пиков и вычисляют среднее значение двух параллельных измерений (h_i).

Для построения градуировочного графика вычисляют среднее значение высоты пика ($h_{ср.}$), измеренное в шести сериях для каждой концентрации раствора бенз(а)пирена по формуле:

$$h_{ср.} = \frac{\sum_{i=1}^{5} h_i}{6}$$

Затем на ось абсцисс наносят концентрацию бенз(а)пирена (мкг/см^3), на ось ординат - соответствующую высоту пика $h_{ср}$ (мм).

9. Отбор проб

Отбор проб воды проводят в соответствии с ГОСТом 2874-82, 4979-49 в бутыли из темного стекла. Срок хранения проб - 24 ч.

10. Выполнение измерений

Пробу воды объемом 1000 см^3 помещают в делительную воронку, приливают 20 см^3 раствора хлористого натрия и 50 см^3 гексана, смесь встряхивают в течение 10 мин. После расслаивания, нижний слой переносят в цилиндр, с помощью которого отмерялась проба воды, а верхний слой - в коническую колбу вместимостью 200-250 см^3 . Процедуру повторяют еще дважды. Экстракты объединяют, высушивают в течение 10 мин безводным сульфатом натрия и фильтруют через фильтр «красная лента» в колбу испарителя вместимостью 250 см^3 . Осушитель и фильтр промывают 10-15 см^3 гексана, который присоединяют к общему фильтрату.

Экстракт упаривают на ротационном испарителе до небольшого объема при температуре не выше 40^{0}С. Остаток переносят в пробирку (колбочку) вместимостью 10-20 см^3, тщательно, не менее трех раз, обмывают стенки колбы гексаном, присоединяют их к раствору в пробирке и упаривают, при тех же условиях, досуха. Сухой остаток растворяют в - 1,0 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывая стенки пробирки (колбочки). Образец воды готовят в двукратной повторности. Аликвоту полученного концентрата пробы (50 мкл) вводят в хроматограф. Каждый экстракт хроматографируется дважды. Измеряют высоты пиков бенз(а)пирена на хроматограмме. Рассчитывают среднее значение высоты пика. По градуировочному графику находят концентрацию бенз(а)пирена в анализируемом растворе.

11. Обработка результатов измерений.

Концентрацию бенз(а)пирена (мкг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{C_0 \cdot V_1}{V_2}$$, где

C_0 - концентрация бенз(а)пирена, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;
V_2- объем исследуемой воды, дм^3;
V_1 - объем ацетонитрильного экстракта в пробирке, см^3;

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений концентраций бенз(а)пирена (Сср), расхождение между значениями которых не должно превышать 14%.

Гарантированный результат анализа представляют в следующем виде:
C = Ccp + D, где D - погрешность измерения, равная 26%, которую

необходимо перевести в абсолютные единицы по формуле: $\frac{D \times C_{ср.}}{100}$

12. Контроль погрешности МВИ

Внутренний оперативный контроль (ВОК) показателей качества результатов измерений концентраций бенз(а)пирена в воде методом жидкостной хроматографии осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве этих анализов и принятия при необходимости оперативных мер по его повышению. ВОК осуществляют по четырем показателям: стабильности градуировочного графика, сходимости результатов параллельных измерений, воспроизводимости результатов КХА, точности результатов анализов.

Таблица 2

Нормативы оперативного контроля для МВИ концентраций бенз(а)пирена в воде

Норматив сходимости результатов параллельных определений d, %	Норматив воспроизводимости результатов КХА D, %	Точность результатов анализа К, %
39	29	26

12.1. Средства контроля погрешности методики выполнения измерений.

В качестве средств контроля в процессе определения показателей качества результатов анализа применяются: для контроля стабильности градуировочного графика – градуировочные растворы, приготовленные по п. 8.6.6, для контроля сходимости и воспроизводимости – рабочие пробы образцов воды, содержащие бенз(а)пирен.

12.2. Контроль стабильности градуировочного графика проводят при смене основных реактивов, но не реже одного раза в месяц. При контроле стабильности градуировочного графика проводят измерения не менее трех образцов концентраций для градуировки, содержание бенз(а)пирена в которых должно охватывать весь диапазон концентраций.

Градуировочный график считается стабильной, если для каждой из используемой для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{(X - C) \times 100}{C} \leq 10{,}6\ \%$$

X – концентрация бенз(а)пирена контрольного измерения, мкг/см^3;

С – известная концентрация градуировочного раствора бенз(а)пирена, взятая для контроля стабильности градуировочного графика, мкг/см^3;

10,6 – значение погрешности измерений при построении градуировочного графика для бенз(а)пирена, %;

Если величина расхождения (А) превышает 10,6%, делают вывод о невозможности применения градуировочного графика для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочного графика и повторяют контроль его стабильности с использованием других образцов смеси для градуировки. При повторном обнаружении нестабильности градуировочного графика определяют его заново согласно п. 8.7.

12.3. Сходимость результатов определения (d_k) концентраций бенз(а)пирена проводят путем сравнения расхождения результатов двух параллельных определений с нормативом сходимости результатов параллельных определений (d). Должно выполняться следующее соотношение:

$$d_{k\%} \le d$$

$$d_k = X_1 - X_2 \qquad d_{k\%} = \frac{d_k \times 100}{X_{ср}}, \text{ где}$$

d – норматив сходимости, % (табл. 2);

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мкг/дм^3.

Если $d_{k\%} \le d$, то сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, и по ним может быть рассчитан результат измерений.

Если $d_{k\%} > d$, то проба воды подлежит повторному измерению. При повторном превышении указанного норматива необходимо выяснить причины, приводящие к неудовлетворительных результатам, и устранить их.

12.4. Контроль воспроизводимости результатов измерений проводится не реже 2 – 3 раз в месяц с использованием рабочих проб. Контроль воспроизводимости обязателен при смене партии реактивов, посуды, после ремонта оборудования, существенных изменений условий выполнения измерений.

Контроль воспроизводимости проводится путем сравнения D_1, равного расхождению двух результатов измерений - первичного ($\overline{X}_1$) и повторного ($\overline{X}_2$) – содержания бенз(а)пирена в одной и той же пробе воды с нормативом воспроизводимости D, % (табл.2).

Первичный и повторный результат измерений должен быть получен в разных условиях, например, двумя операторами в один день или в разные дни. D_1 рассчитывают по формуле:

$$D_1 = \overline{X}_1 - \overline{X}_2, \qquad D_{1\%} = \frac{D_1 \times 100}{X_{ср}}, \quad \text{где}$$

$\overline{X}_1$ - первичный результат измерения рабочей пробы;

$\overline{X}_2$ - повторный результат измерения рабочей пробы.

Величины $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ должны быть получены с соблюдением условий сходимости.

Если $D_{1\%} \le D$, то воспроизводимость контрольных измерений признается удовлетворительной. В этом случае воспроизводимость результатов измерений рабочих проб, полученных в условиях, соответствующих требованиям МВИ, признается удовлетворительной.

В случае превышения норматива воспроизводимости, когда $D_{1\%} > D$, контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и

устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля воспроизводимости.

12.5. ВОК точности осуществляют с использованием метода добавок. Образцами для контроля являются рабочие пробы воды и эти же пробы с добавкой любой градуировочной смеси. К пробе с добавкой предъявляются следующие требования: добавка должна вводиться в пробу на самой ранней стадии измерений, т.е. в пробу воды, помещенную в делительную воронку, перед приливанием 20 $см^3$ раствора хлористого натрия, вливают 1 $см^3$ раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле нужной концентрации и дальше проводят определение согласно п. 10 и 11., проба с введенной добавкой не должна выходить за верхнюю границу определяемого диапазона концентраций бенз(а)пирена согласно МВИ.

Контроль точности проводится по результатам измерений пробы до введения добавки ($X_{пр}$) и после введения добавки градуировочной смеси ($X_{пр.доб}$) концентрацией $C_{доб}$ в исходную пробу воды. Разница ($K_к$) между найденной / $X_{пр.доб} - X_{пр}$ / и введенной ($C_{доб}$) концентрацией добавки не должна превышать по абсолютной величине значения норматива точности К (табл. 1).

$$K_к = / X_{пр.доб} - X_{пр} - C_{доб} /; \qquad K_{к\%} \le K$$

Так как для расчета используют относительное значение погрешности Δ, то относительное значение $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_{к\%} = \frac{K_к \times 100}{C_{доб}}$$

Точность контрольных измерений, а также точность результатов измерений проб воды, выполненных в условиях соблюдения требований МВИ, признается удовлетворительной, если / $K_{к\%}$ /< К.

Если / $K_{к\%}$ /> К, то точность контрольных измерений признается неудовлетворительной и процедура контроля повторяется с использованием другой пробы воды. При повторном получении неудовлетворительных результатов контроля точности выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля.

gost.e-ecolog.ru