ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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



В.В. Новиков

«16» сентября 2014 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ 2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 14.1:2:3:4.212-05

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(издание 2014 г.)

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

Главный инженер ФБУ «ФЦАО» Е.Е. Троицкая

Разработчик:

ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 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

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику количественного химического анализа проб воды с целью определения 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д). Методика распространяется на следующие объекты анализа: воды питьевые (в том числе расфасованные в емкости), природные (поверхностные и подземные источники, в том числе источники водоснабжения), воды сточные (производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные), воды талые, технические и пробы снежного покрова.

Методика предназначена для определения 2,4-Д в диапазоне массовых концентраций от 0,0001 до 0,1 мг/дм^3. Допускается определять 2,4-Д при содержании свыше 0,1 мг/дм^3 с предварительным разбавлением экстракта, но не более чем в 100 раз.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении А.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-90 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 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия.

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

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.

ГОСТ 5829-71 Реактивы. Ацетил хлористый. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия.

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

ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия.

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

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

ГОСТ 28311-89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний.

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

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

ГОСТ 31862-2012 Вода питьевая. Отбор проб.

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

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

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

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

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 2,4-Д с показателями точности, не превышающими значений, приведенных в таблице 1. Приписанные погрешности измерений не превышают нормы погрешностей, установленные ГОСТ 27384.

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,0001 до 0,001 включ.	18	25	50
св. 0,001 до 0,01 включ.	12	17	35
св. 0,01 до 0,1 включ.	9	12	25

Примечание – Показатель точности измерений соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Определение основано на экстракции 2,4-Д из пробы воды диэтиловым эфиром, дериватизации ацетилхлоридом, концентрировании экстракта упариванием и газохроматографическом анализе полученного метилового эфира с использованием масс-селективного и/или электронно-захватного детектора с последующей идентификацией и определением массовой концентрации по установленным градуировочным характеристикам.

Примечание – В качестве экстрагента допускается использовать другой органический растворитель, хорошо извлекающий 2,4-Д, например хлористый метилен или метил-трет-бутиловый эфир.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторную посуду, реактивы и материалы:

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 300 г по ГОСТ OIML R 76-1.

5.1.2 Государственный стандартный образец (далее – ГСО) или вещество гарантированной чистоты 2,4-Д с содержанием основного вещества не менее 98 % или аттестованные растворы с относительной погрешностью не более 4 %, например, фирм «Supelco» (США), «ChemService» (США), «Dr. Ehrenstorfer» (Германия) или любой другой.

5.1.3 Государственный стандартный образец (далее – ГСО) или вещество гарантированной чистоты – метиловый эфир 2,4-Д с содержанием основного вещества не менее 98 % или аттестованные растворы с относительной погрешностью не более 4 %, например, фирм «Supelco» (США), «ChemService» (США), «Dr. Ehrenstorfer» (Германия) или любой другой.

5.1.4 Термометр любого типа со шкалой до 100 °С или выше и ценой деления 1,0 °С или ниже.

5.1.5 Хромато-масс-спектрометрическая система, например, Agilent 7890/5975 фирмы «Agilent Technologies» (США) в комплекте:

– детектор электронозахватный (ЭЗД);

– детектор масс-селективный (МСД) с квадрупольным анализатором и ионизацией электронным ударом, например, Agilent MSD 5975;

– колонка хроматографическая капиллярная кварцевая с фазой 5%-дифенил-95%-диметилсилоксан, длиной 30 м, диаметром 0,25 мм, толщиной

пленки 0,25 мкм, например, HB-5MS фирмы «Agilent Technologies» (США), или любая другая с фазой, позволяющей разделять определяемые вещества;

– насос форвакуумный, создающий разрежение не более 30 Па, например, фирмы "Edvards" (США);

– устройство для автоматического отбора и ввода проб, например, Agilent 7693;

– хроматограф газовый, например, Agilent 7890.

5.1.6 Баня песчаная с температурным режимом (50 – 100)°С, снабженная регулятором температуры, например, фирмы «Gerhardt» (Германия).

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

5.1.8 Компрессор сжатого воздуха любой, например, фирмы «MAXIMA» (Малайзия) для аквариума (сжатый воздух используется для обдува при концентрировании экстракта).

5.1.9 Компьютер персональный, позволяющий работать с программным обеспечением для управления хроматографом, сбора информации и обработки хроматограмм, например, с программой «ChemStation» фирмы «Agilent Technologies» (США).

5.1.10 Принтер любой модели.

5.1.11 Устройство для встряхивания емкостей с жидкостью любого типа, например, шюттель-аппарат на 5 мест для делительных воронок вместимостью 1000 $см^3$ фирмы «Agitelec» (Франция).

5.1.12 Холодильник двухкамерный бытовой любого типа, обеспечивающий температуру холодильной камеры (2 – 10) °С и морозильной камеры минус (18 – 24) °С.

5.1.13 Холодильник стеклянный обратный по ГОСТ 25336.

5.1.14 Шкаф сушильный, например, СНОЛ по ТУ 16-681.032.

5.1.15 Воронки делительные ВД-3-1-1000-29/32 и ВД-3-250-29/32 по ГОСТ 25336.

5.1.16 Воронки для фильтрования В-25-50 ХС по ГОСТ 25336.

5.1.17 Колбы конические вместимостью 50 и 250 $см^3$ с притертыми пробками по ГОСТ 25336.

5.1.18 Колбы мерные вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.1.19 Мензурки вместимостью 100 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.1.20 Микрошприцы вместимостью 0,010; 0,050; 0,10; 0,25; 0,50 и 1,0 $см^3$, например, фирмы «Hamilton» (Австралия).

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

Примечание – Допускается использовать дозаторы лабораторные по ГОСТ 28311.

5.1.22 Стаканы термостойкие вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336, исполнения В-1.

5.1.23 Флаконы стеклянные вместимостью 2; 4; 10; 100; 250 $см^3$, герметично закрывающиеся завинчивающимися крышками, снабженные прокладками из инертного материала.

5.1.24 Флаконы стеклянные вместимостью 1000 $см^3$ герметично закрывающиеся завинчивающимися крышками, снабженные прокладками из инертного материала, для отбора и хранения проб.

Примечание – Допускается использование средств измерения, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, чем у вышеуказанных.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Азот газообразный (сжатый) по ГОСТ 9293.

5.2.2 Ацетон, х.ч. по ГОСТ 2603.

5.2.3 Ацетил хлористый (ацетилхлорид), ч.д.а. по ГОСТ 5829.

5.2.4 Бумага универсальная индикаторная, позволяющая измерять значение pH в диапазоне от 1 до 12 ед. pH с шагом 1 ед. pH, например, по ТУ 6-09-1181.

5.2.5 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

5.2.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501 (далее – вода дистиллированная).

5.2.7 н-Гексан, ч. по ТУ 2631-003-05807999.

5.2.8 Гелий сжатый по ТУ 51-940.

5.2.9 Диэтиловый эфир х.ч. по ТУ 2600–001–45682126.

5.2.10 Кислота серная, ос.ч. по ГОСТ 14262.

5.2.11 Метанол, х.ч. по ГОСТ 6995.

5.2.12 Натрий сернокислый (натрия сульфат), ч.д.а. по ГОСТ 4166.

5.2.13 Натрий хлористый (натрия хлорид), х.ч. по ГОСТ 4233.

Примечание – Допускается использование реактивов более высокой квалификации, а также материалов с аналогичными или лучшими характеристиками, чем у вышеуказанных.

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.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим образованием химического профиля, владеющие методом хроматографического анализа, знающие конструкцию, принцип действия и правила эксплуатации данного оборудования.

7.2 К выполнению работ по пробоподготовке допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля и обученные методике подготовки пробы для хроматографического анализа.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	от 20 °С до 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862 в стеклянные флаконы, снабженные притертыми стеклянными пробками или завинчивающимися крышками с прокладкой из инертного материала вместимостью не менее 1000 $см^3$. Объем отбираемой пробы воды должен быть не менее 1000 $см^3$.

9.2 Пробы снега отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и переводят в талую воду при температуре окружающей среды рабочего помещения.

9.3 Отобранную пробу анализируют в течение суток. Если такой возможности нет, пробу хранят в холодильнике при температуре (2 – 10) °С не более 7 суток.

9.4 При отборе проб составляют сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывают:

- цель анализа;
- место, дата, время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилию сотрудника, отбирающего пробу.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Подготовка оборудования и условия проведения анализа

Согласно руководству по эксплуатации программного обеспечения хромато-масс-спектрометра создают метод анализа с использованием абсолютной калибровки. Масс-селективный детектор (МСД), электронозахватный детектор (ЭЗД), газовый хроматограф и устройство для автоматического отбора и ввода проб готовят к работе в соответствии с инструкциями по эксплуатации оборудования. В качестве газа-носителя используют гелий, газа на поддув (для ЭЗД) – азот.

Рекомендуемые параметры газохроматографического анализа:

Система ввода пробы	без деления потока
Дозируемый объем пробы	(1-5) мм^3
Расход газа-носителя (гелия)	(1-5) см^3/мин

Режим программирования температуры термостата колонок:

120 °С в течение 1 мин,
нагрев до 150 °С со скоростью 70 °С/мин,
от 140 °С до 240 °С со скоростью 8 °С/мин,
изотерма 240 °С в течение 5 мин

Рекомендуемые параметры масс-селективного детектора:

Температура источника	150 °С
Температура квадруполя	230 °С
Ионизация	электронный удар
Диапазон масс	50–550 а. е. м.
Температура интерфейса	300 °С

Рекомендуемые параметры электронозахватного детектора:

Температура термостата детектора	320 °С
Расход газа на поддув (азота)	30 см^3/мин

Рекомендуемые параметры испарителя:

Температура испарителя без программирования 230 °С

В случае использования инжектора с программированием температуры:

начальная температура	140 °С
выдержка при начальной температуре	0,1 мин
скорость подъема	720 °С/мин
конечная	250°С
выдержка при 250 °С	5 мин

Примечание – Допускается изменять параметры газохроматографического анализа в зависимости от используемой хроматографической колонки и комплектации прибора.

10.2 Подготовка хроматографической колонки

Капиллярную колонку кондиционируют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к колонке, в токе газа-носителя, предварительно отсоединив от детектора. Завершив кондиционирование, колонку подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

10.3 Приготовление растворов

10.3.1 Раствор ацетила хлористого в метаноле объемной доли 5 %

Приготовление раствора проводят в вытяжном шкафу. В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, содержащую 95 $см^3$ метанола, осторожно небольшими порциями добавляют 5 $см^3$ ацетила хлористого и переливают во флакон с завинчивающейся крышкой.

Раствор хранят не более 6 месяцев при температуре окружающей среды рабочего помещения.

10.3.2 Раствор серной кислоты объемной доли 40 %

Приготовление раствора проводят в вытяжном шкафу. В термостойкий стакан вместимостью не менее 250 $см^3$ помещают 60 $см^3$ дистиллированной воды и медленно при перемешивании добавляют 40 $см^3$ концентрированной серной кислоты (5.2.10).

После остывания приготовленный раствор осторожно переливают во флакон с завинчивающейся крышкой.

Раствор хранят не более 1 года при температуре окружающей среды рабочего помещения.

10.3.3 Градуировочные растворы 2,4-Д

Основной градуировочный раствор 2,4-Д в метаноле или ацетоне с массовой концентрацией 10 $мг/см^3$ готовят весовым способом из вещества гарантированной чистоты (5.1.2).

Промежуточные градуировочные растворы с массовыми концентрациями 0,01 и 0,10 $мг/см^3$ готовят путем разведения основного раствора. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 $см^3$последовательно микрошприцем вносят по 0,01 и 0,10 $см^3$ основного раствора и доводят объем раствора до метки метанолом или ацетоном. В качестве промежуточного градуировочного раствора можно использовать готовый аттестованный раствор 2,4-Д с массовой концентрацией 0,10 $мг/см^3$ (5.1.2).

Основной и промежуточные градуировочные растворы хранят во флаконах, герметично закрытых пробками с прокладками из инертного материала в морозильной камере холодильника при температуре минус (18 – 24) °С не более 6 месяцев. Перед использованием растворы выдерживают при температуре окружающей среды рабочего помещения не менее 20 минут.

Градуировочные водные растворы 2,4-Д с массовыми концентрациями 0,0001–0,0005–0,001–0,005–0,01–0,05–0,10 $мг/дм^3$ готовят из промежуточных

градуировочных растворов непосредственно перед проведением пробоподготовки по 11.2 путем разбавления дистиллированной водой. Для этого в мензурки вместимостью 500 $см^3$, заполненных 500 $см^3$ дистиллированной водой, микрошприцем или пипеткой последовательно вносят заданный объем промежуточного градуировочного раствора. Рекомендуемый порядок приготовления градуировочных водных растворов представлен в таблице 2.

Перечисленные в этом пункте растворы используются для установления градуировочной характеристики непосредственно через пробоподготовку по 11.2 в случае отсутствия метилового эфира 2,4-Д.

Т а б л и ц а 2 – Приготовление градуировочных водных растворов 2,4-Д

Номер р-ра	Массовая концентрация вещества в градуировочном растворе, $мг/дм^3$	Раствор, используемый для разведения		Объем пробы дистиллированной воды, $дм^3$
		Массовая концентрация, $мг/см^3$	Добавляемый объем раствора, $см^3$	
1	0,10	0,10	0,50	0,5
2	0,05		0,25	
3	0,01		0,050	
4	0,005		0,025	
5	0,001	0,01	0,050	
6	0,0005		0,025	
7	0,0001		0,005	

Примечание – Допускается готовить градуировочные растворы с другой массовой концентрацией и другого объема в указанном диапазоне.

10.3.4 Градуировочные растворы метилового эфира 2,4-Д

Основной градуировочный раствор метилового эфира 2,4-Д в метаноле или ацетоне с массовой концентрацией вещества 10 $мг/см^3$ готовят весовым способом из вещества гарантированной чистоты (5.1.3).

Промежуточный градуировочный раствор метилового эфира 2,4-Д в метаноле или ацетоне с массовой концентрацией 0,10 $мг/см^3$ готовят путем разведения основного градуировочного раствора. Для этого в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$, содержащую 5 – 8 $см^3$ растворителя, микрошприцем вносят 0,10 $см^3$ основного градуировочного раствора метилового эфира 2,4-Д и доводят объем раствора до метки растворителем.

Основной и промежуточный градуировочные растворы хранят во флаконах, герметично закрытых пробками с прокладками из инертного материала в морозильной камере холодильника при температуре минус (18 – 24) °С не более 6 месяцев. Перед использованием растворы выдерживают при температуре окружающей среды рабочего помещения не менее 20 минут.

В качестве основного и промежуточного градуировочных растворов можно использовать готовые аттестованные растворы (5.1.3).

Градуировочные растворы метилового эфира с массовыми концентрациями 0,01–0,005–0,0025–0,001–0,0005–0,00025–0,0001–0,00005 мг/см^3 готовят из промежуточного градуировочного раствора, градуировочных растворов C_1 и C_4 путем разбавления растворителем. Рекомендуемый порядок приготовления градуировочных растворов представлен в таблице 3.

Во флакон вместимостью 2 см^3 помещают 1,0 см^3 метанола или ацетона, затем микрошприцем отбирают из этого флакона растворитель в объеме, равном объему раствора, который будет добавляться в этот флакон. Например, для приготовления раствора C_2 с массовой концентрацией 0,005 мг/см^3 помещают 1,0 см^3 растворителя во флакон, отбирают из него 0,05 см^3 растворителя и добавляют вместо него 0,05 см^3 промежуточного раствора с массовой концентрацией 0,10 мг/см^3.

Таблица 3 – Приготовление градуировочных растворов метиловых эфиров определяемых веществ

Наименование градуировочного раствора	Массовая концентрация вещества в градуировочном растворе, мг/см^3	Раствор, используемый для разведения			Объем растворителя, см^3
		Название раствора	Массовая концентрация вещества в растворе, мг/см^3	Добавляемый объем раствора, см^3	
C_1	0,01	Промеж.	0,10	0,10	0,90
C_2	0,005			0,050	0,95
C_3	0,0025			0,025	0,975
C_4	0,001			0,010	0,99
C_5	0,0005	Градуир. C_1	0,01	0,050	0,95
C_6	0,00025			0,025	0,975
C_7	0,0001			0,010	0,99
C_8	0,00005	Градуир. C_4	0,001	0,050	0,95

Примечание – Допускается готовить градуировочные растворы с другой массовой концентрацией и другого объема в указанном диапазоне.

Градуировочные растворы метиловых эфиров хранят во флаконах, герметично закрытых пробками с прокладками из инертного материала в морозильной камере холодильника при температуре минус (18 – 24) °С не более 3 месяцев. Перед использованием растворы выдерживают при температуре окружающей среды рабочего помещения не менее 20 минут.

10.4 Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики устанавливают с помощью программного обеспечения газового хроматографа с масс-селективным и/или электронно-захватным детектором, выбирая режим измерения факторов отклика по методу абсолютной градуировки.

Для установления градуировочных характеристик можно применить один из двух методов:

– с использованием приготовленных по пункту 10.3.3 градуировочных растворов 2,4-Д. Для построения градуировочной характеристики этим способом используют данные, полученные путем анализа градуировочных растворов, перечисленных в таблице 2, в условиях выполнения измерений, т.е. подвергнутых процедуре пробоподготовки по 11.2. В процессе пробоподготовки 2,4-Д переходит в 2,4-Д метиловый эфир. В этом случае установление поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке по пункту 10.6, не требуется.

– с использованием приготовленных по пункту 10.3.4 растворов метиловых эфиров 2,4-Д, которые вводят в хроматограф непосредственно, без предварительной пробоподготовки. В этом случае установление поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке по пункту 10.6, обязательно.

10.4.1 Установление градуировочной характеристики при работе с масс-селективным детектором

Каждый градуировочный раствор метилового эфира 2,4-Д анализируют не менее двух раз в режиме селективного детектирования и/или полного сканирования при установленных условиях проведения анализа по 10.1. В хроматограф вводят в порядке возрастания их массовых концентраций не менее четырех градуировочных растворов метилового эфира 2,4-Д, полученных одним из двух способов (с пробоподготовкой или напрямую). Рекомендуемые массовые концентрации растворов: 0,00005–0,0001–0,001–0,01 мг/см^3. С помощью управляющей программы прибора регистрируют масс-хроматограммы, фиксируют времена удерживания и измеряют площади пиков основного иона анализируемого вещества для построения градуировочной характеристики. Подтверждающие ионы используют для идентификации (таблица 5).

Затем в программе обработки данных получают градуировочный график и относительный градуировочный коэффициент A в виде зависимости площади пика вещества от его массовой концентрации, который используют при обработке результатов измерений по пункту 12.

Примечание – При обработке несимметричных пиков, очень узких пиков, а также при неполном их разделении из-за наложения и искажения контуров пиков, возрастает погрешность подсчета площадей. В этом случае при построении градуировочной характеристики и для обработки результатов анализа допускается использовать высоты пиков анализируемого вещества.

Градуировку хромато-масс-спектрометрической системы проводят 1 раз в 6 месяцев, а также при смене хроматографической колонки или после ремонта оборудования, повлекшего за собой изменение условий хроматографирования и/или нестабильности градуировочной характеристики.

10.4.2 Установление градуировочной характеристики при работе с электронозахватным детектором

Компоненты идентифицируют по абсолютным временам удерживания. Каждый градуировочный раствор метилового эфира 2,4-Д анализируют не менее двух раз при установленных условиях проведения анализа по 10.1. В хроматограф вводят в порядке возрастания их массовых концентраций не менее четырех градуировочных растворов метиловых эфиров 2,4-Д, полученных одним из двух способов (через пробоподготовку или напрямую), но не более 0,0025 мг/см^3, например, 0,00005–0,00001–0,0001–0,001 мг/см^3. С помощью управляющей программы прибора фиксируют времена удерживания и измеряют площади пиков анализируемого вещества для построения градуировочной характеристики.

Затем для определяемого вещества в программе обработки данных получают градуировочный график и относительный градуировочный коэффициент A в виде зависимости площади пика вещества от его массовой концентрации, который используют при обработке результатов измерений по пункту 12.

Градуировку хроматографа проводят 1 раз в 6 месяцев, а также при смене хроматографической колонки или после ремонта оборудования, повлекшего за собой изменение условий хроматографирования и/или нестабильности градуировочной характеристики.

10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Проверку стабильности работы хромато-масс-спектрометрической системы или газового хроматографа с ЭЗД проводят в день анализа серии проб по результатам хроматографирования одного из растворов метиловых эфиров 2,4-Д. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если измеренное значение массовой концентрации метилового эфира 2,4-Д отличается от аттестованного значения не более чем на 20 %, а время удерживания отклоняется от установленного при градуировке не более чем на 20 с.

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

При нестабильности характеристики выясняют и устраняют причины и повторяют контроль с использованием других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата от градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

10.6 Установление поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке

При внедрении методики в случае использования метилового эфира 2,4-Д для установления градуировочной характеристики (10.4), устанавливают поправочный коэффициент, учитывающий потери при пробоподготовке.

Образцы для установления поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке (далее – образцы), представляют собой водные растворы 2,4-Д, аттестованные по процедуре приготовления. Образцы готовят непосредственно перед проведением пробоподготовки с использованием специально приготовленных проверочных растворов 2,4-Д в метаноле или ацетоне (10.3.3), добавляя их в пробы питьевой (природной или сточной) воды, не содержащей определяемого вещества.

Перед приготовлением образцов проводят анализ «холостой пробы»: 0,5 $дм^3$ пробы питьевой (природной) воды, которую планируют использовать для приготовления образцов, подвергают процедуре подготовки пробы по методике и выполняют измерения. По полученной хроматограмме рассчитывают фоновое значение массовой концентрации определяемого вещества. Полученное значение должно быть меньше предела определения. При невыполнении данного условия для приготовления образцов отбирают и проверяют другую пробу воды.

Для определения поправочного коэффициента во всем диапазоне измерений готовят образцы с содержанием 2,4-Д вблизи нижней, средней и верхней границ диапазона, например, 0,0001 – 0,001 – 0,10 $мг/дм^3$. Для каждой выбранной точки диапазона измерений готовят не менее 7 образцов.

Приготовленные образцы подвергают процедуре пробоподготовки по 11.2, в процессе которой 2,4-Д переходит в метиловый эфир 2,4-Д.

Рекомендуемый порядок приготовления и рекомендуемые массовые концентрации 2,4-Д в образцах представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Приготовление аттестованных (проверочных) водных растворов

Номер р-ра	Массовая концентрация вещества в образце, $мг/дм^3$	Проверочные растворы		Объем пробы, используемой воды, $дм^3$
		Массовая концентрация вещества в проверочном растворе, $мг/см^3$	Добавляемый объем проверочного раствора, $см^3$	
1	0,0001	0,001	0,05	0,5
2	0,0005	0,005	0,05	
3	0,001	0,01	0,05	
4	0,10	0,10	0,50	

Полученные экстракты анализируют и определяют массовую концентрацию 2,4-Д в образцах по формуле

$$X_n = \frac{S_n \cdot V_э \cdot K_p}{A \cdot V_a},$$

где:

X_n – измеренное значение массовой концентрации определяемого вещества в n-ом образце экстракта, мг/дм^3;

S_n – площадь пика основного иона определяемого вещества в n-ом образце экстракта, мВ*с;

$V_э$ – объем экстракта, см^3;

A – относительный градуировочный коэффициент определяемого вещества в образце, мВ*с*см^3/мг (10.4);

V_a – объем анализируемой пробы воды, дм^3;

K_p – коэффициент разбавления (пункт 12).

Затем вычисляют поправочный коэффициент K_n, учитывающий потери при пробоподготовке, как отношение измеренного значения массовой концентрации в образце к аттестованному значению массовой концентрации 2,4-Д по формуле

$$K_n = \frac{X_n}{C_n},$$

где:

X_n – измеренное значение массовой концентрации определяемого вещества в n-ом образце, мг/дм^3;

C_n – аттестованное значение массовой концентрации определяемого вещества в n-ом образце, мг/дм^3.

Если по результатам анализа расхождение между максимальным и минимальным значениями поправочных коэффициентов не превышает 25%, то рассчитывают поправочный коэффициент $K_{ср}$ для определяемого вещества во всем диапазоне измерений как среднее арифметическое значение полученных коэффициентов K_n по формуле

$$K_{ср} = \frac{\sum_{n=1}^{n} K_n}{n}.$$

Полученное значение поправочного коэффициента должно быть не менее 0,7 – при использовании в качестве экстрагента диэтилового эфира, и не менее 0,5 – при использовании хлористого метилена.

Поправочный коэффициент обязательно устанавливают при внедрении методики и используют при обработке результатов измерений по пункту 12.

Если измеренное значение массовой концентрации 2,4-Д в экстракте превышает максимальную массовую концентрацию шкалы градуировочного раствора (0,01 мг/дм^3), экстракт предварительно следует разбавить растворителем.

Поправочный коэффициент проверяют при смене оператора, осуществляющего пробоподготовку, путем анализа образцов для контроля в соответствии с 15.2.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Подготовка аппаратуры

Хромато-масс-спектрометрическую систему (или хроматограф) выводят на рабочий режим в соответствии с условиями, указанными в 10.1. На компьютере в программе управления активизируют метод анализа.

11.2 Подготовка пробы

В мензурку вместимостью 0,5 дм^3 помещают 0,5 дм^3 анализируемой пробы воды. С помощью раствора серной кислоты (10.3.2) доводят до pH ≤ 3, проверяя значение pH по индикаторной бумаге, насыщают пробу натрием хлористым и переносят содержимое мензурки в делительную воронку вместимостью 1 дм^3. Добавляют в делительную воронку 30 см^3 диэтилового эфира, делительную воронку закрывают притертой пробкой, несколько раз интенсивно встряхивают, открывая периодически кран воронки, чтобы выпустить пары растворителя. Затем делительную воронку устанавливают в устройство для встряхивания и включают его на 10 мин со скоростью 60–80 встряхиваний в минуту. После остановки делительную воронку оставляют в покое (~ 15 мин) до полного разделения фаз. Экстракт отделяют от водной фазы и фильтруют через воронку с натрием сернокислым (высота слоя 2 – 3 см, на дно конусной части воронки следует положить кусочек ваты) в коническую колбу вместимостью 50 см^3. Натрий сернокислый промывают диэтиловым эфиром дважды порциями по ~ 2 см^3, смыв присоединяют к экстракту. Перед использованием коническую воронку с натрием сернокислым и ватой промывают 5–7 см^3 диэтилового эфира.

Далее экстракт осторожно упаривают досуха на песчаной бане при температуре (65 ± 5) °С. Измерение температуры песчаной бани проводится термометром (5.1.4) не реже одного раза в месяц, а также после замены песка или проведения ремонта.

К сухому остатку приливают 2,5 см^3 5% раствора ацетила хлористого в метаноле, колбу присоединяют к обратному холодильнику и нагревают на песчаной бане при температуре (65 ± 5) °С в течение 40 мин. Затем охлаждают до температуры окружающей среды рабочего помещения и переносят содержимое колбы в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и экстрагируют 10 см^3 н-гексана в

течение 2 – 3 мин. Экстракт пропускают через воронку с безводным натрием сернокислым (предварительно промытым н-гексаном) в коническую колбу и упаривают на песчаной бане при температуре (65 ± 5) °С в токе воздуха досуха. Затем к сухому остатку добавляют 1,0 $см^3$ н-гексана и переносят экстракт в герметично укупоривающийся флакон вместимостью 2 $см^3$.

11.3 Выполнение измерений

Полученные экстракты анализируют в тот же день. В случае невозможности немедленного проведения анализа экстракты хранят в герметично закрытых флаконах в морозильной камере при температуре минус (18 – 24) °С не более 12 суток. Экстракты перед анализом необходимо выдержать при температуре окружающей среды рабочего помещения не менее 20 минут.

При работе с масс-селективным детектором измерения массовых концентраций 2,4-Д осуществляют в режиме полного и/или селективного детектирования.

Качественный анализ в пробах неизвестного состава проводят в режиме полного сканирования, сравнивая масс-спектры всех хроматографических пиков с библиотечными. Если масс-спектр неизвестного компонента имеет коэффициент совпадения с одним из библиотечных спектров от 70 % и выше, компонент идентифицируют как вещество, приведенное в библиотеке масс-спектров.

Примечание – В случае, когда библиотека выдаст два или несколько веществ с близкими значениями коэффициентов совпадения:

- визуально сравнивают масс-спектры определяемого компонента с каждым из библиотечных и выбирают наиболее похожий;
- при одинаковых масс-спектрах определяемого компонента и нескольких библиотечных (например, у изомеров) используют альтернативные аналитические методы: масс-спектрометрия высокого разрешения, спектрометрия ядерного магнитного резонанса и др.

Количественный анализ осуществляют в режиме селективного детектирования ионов. Время выхода 2,4-Д определяют из предварительно проведенных анализов в режиме сканирования. Идентификацию проводят, соблюдая следующие правила:

- относительная интенсивность трех характеристичных ионов (основного и двух подтверждающих по таблице 5) на полученной масс-хроматограмме не должна отличаться более чем на 30 % от относительной интенсивности этих ионов в справочном масс-спектре. Справочный масс-спектр может быть получен анализом градуировочного раствора на ГХ/МС-системе или взят из библиотеки;
- время удерживания не должно отличаться от установленного при градуировке более чем на 20 с.

На каждой масс-хроматограмме измеряют площадь (высоту) пика основного иона анализируемого вещества. Результаты измерений обрабатывают в соответствии с пунктом 12.

При нехарактерном соотношении интенсивности ионов на масс-хроматограмме в связи с присутствием другого компонента пробы с близким временем удерживания рекомендуется в этом случае проводить расчет по подтверждающим характеристическим ионам, избегая, таким образом, перекрываний и, как следствие, завышенных результатов.

Таблица 5 – Масс-спектрометрические характеристики метилового эфира 2,4-Д

Наименование определяемого вещества	Массовые числа ионов, а.е.м.	
	Основной ион	Подтверждающие ионы
2,4-Д	234	145 175 236
	или	
	199	145 175 234

При работе с электронозахватным детектором 2,4-Д идентифицируют по времени удерживания, установленного при градуировке. Время удерживания не должно отличаться от установленного более чем на 20 с. На хроматограмме измеряют площадь (высоту) пика определяемого вещества, результаты измерений обрабатывают в соответствии с п. 12.

В случае, когда массовая концентрация определяемого вещества в экстракте превышает максимальную массовую концентрацию градуировочного раствора (на любом детекторе), экстракт следует разбавить растворителем и провести измерение концентрации повторно. При вычислении результатов измерений необходимо учесть степень разбавления.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработку результатов измерений массовой концентрации 2,4-Д выполняют с помощью управляющей программы в соответствии с градуировочной характеристикой с учетом концентрирования и потерь при пробоподготовке и предварительном разбавлении экстракта по формуле

$$X = \frac{S \cdot V_э \cdot K_р}{A \cdot K_{ср} \cdot V_а},$$

где:

X – массовая концентрация определяемого вещества в пробе, мг/дм^3;

S – площадь пика основного иона определяемого вещества в анализируемом экстракте, мВ*с;

$V_э$ – объем н-гексанового экстракта, см^3;

A – относительный градуировочный коэффициент определяемого вещества, мВ*с*см^3/мг (10.4);

$K_{ср}$ – поправочный коэффициент, учитывающий потери при пробоподготовке (10.6);

V_a – объем анализируемой пробы воды, дм^3.

K_p – коэффициент разбавления, рассчитанный по формуле

$$K_p = \frac{V}{V_{аэ}},$$

где:

V – объем н-гексанового экстракта после разбавления, см^3;

$V_{аэ}$ – объем н-гексанового экстракта, взятого для разбавления, см^3.

Примечание – В соответствии с примечанием к пункту 10.4.1 допускается при обработке результатов вместо площади (S) пика основного иона использовать высоту этого пика.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений в протоколах анализов представляют в виде

$$X \pm \Delta;\ мг/дм^3 \qquad (P = 0,95),$$

где:

$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$;

δ – значение показателя точности (таблица 1).

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

при массовой концентрации

от 0,0001 до 0,001 мг/дм^3	– 0,00001 мг/дм^3
свыше 0,001 до 0,01 мг/дм^3	– 0,0001 мг/дм^3
свыше 0,01 до 0,1 мг/дм^3	– 0,001 мг/дм^3
свыше 0,1 мг/дм^3	– 0,01 мг/дм^3.

14 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X_1, X_2) 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:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r$$

Значения пределов повторяемости (r) приведены в таблице 6.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1}$, $X_{лаб2}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R$$

Значения пределов воспроизводимости (R) приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений 2,4-Д

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов измерений), r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
от 0,0001 до 0,001 включ.	50	70
св. 0,001 до 0,01 включ.	34	48
св. 0,01 до 0,1 включ.	25	34

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 В случае регулярного выполнения анализа 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 (часть 6). Образец для контроля готовят с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты с содержанием основного вещества не менее 98 % или аттестованных растворов с относительной погрешностью не более 4 %, например, фирм «Supelco», «ChemService», «Dr. Ehrenstorfer» или любых других. Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Процедуру контроля стабильности показателей качества результатов анализа (повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории.

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 измерений отдельных проб (при получении

нестандартного результата измерений, результата, превышающего ПДК и т.п.).

В качестве образцов для контроля используют специально приготовленные проверочные растворы 2,4-Д в метаноле или ацетоне (10.3.3), добавляя их в пробы питьевой (природной или сточной) воды, не содержащей определяемого вещества.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = |X - C|,$$

где:

X – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля, мг/дм^3;

C – аттестованное значение определяемого компонента в образце для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

где:

$\Delta_л$ – характеристика погрешности аттестованного значения определяемого компонента в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_л$ рассчитывать по формуле $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, где Δ – приписанная характеристика погрешности методики.

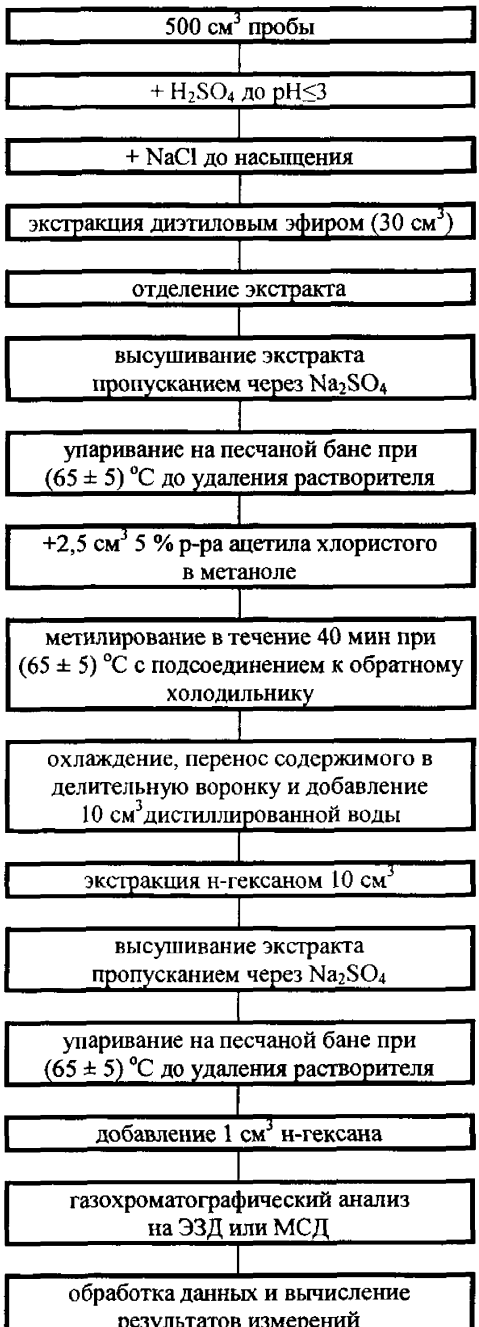
Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K.$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 002/01.00301-2010/2014

Методика измерений массовой концентрации 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты в питьевых, природных и сточных водах методом газовой хроматографии,

разработанная ЗАО «РОСА», 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35,

предназначенная для измерений показателей состава питьевых, природных и сточных вод,

регламентированная в документе ПНД Ф 14.1:2:3:4.212-05 «Методика определения 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты в питьевых, природных и сточных водах методом газовой хроматографии», издание 2014 г., на 21 стр.

Методика (метод) аттестована (ая) в соответствии с **Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.**

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

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009, и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики методики измерений на одном листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» **В.В. Новиков**

Дата выдачи: 01.08.2014 г.

М.П.

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А, тел.: (495) 943-29-44, www.fcao.ru

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 646-6066, 608-7617, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 002/01.00301-2010/2014
об аттестации методики измерений массовой концентрации 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты в питьевых, природных и сточных водах методом газовой хроматографии
на 1 листе

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспризводимости), σ_R, %
от 0,0001 до 0,001 вкл.	50	18	25
св. 0,001 до 0,01 вкл.	35	12	17
св. 0,01 до 0,1 вкл.	25	9	12

[1] Соответствует расширенной относительной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,0001 до 0,001 вкл.	50	70
св. 0,001 до 0,01 вкл.	34	48
св. 0,01 до 0,1 вкл.	25	34

Ведущий эколог отдела метрологии
и лабораторного дела ФБУ «ФЦАО»,
эксперт-метролог СДСЭМ
(сертификат № RUM 01.33.00719) Т.Б. Мулюкина

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А, тел.: (495) 943-29-44, gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru