ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия на окружающую среду»



_____ Г.М. Цветков

«15» _____ 2005 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАПРОЛАКТАМА В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.211-05

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2005 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия на окружающую среду» (ФГУ «ФЦАО»)

Зам. директора ФГУ «ФЦАО» – главный метролог С.А. Струков

Разработчик:
Аналитический центр контроля качества воды ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7
Телефон: (095) 439-52-13
Факс: (095) 435-13-00

Код МВИ в Федеральном реестре ФР.1.31.2001.00360

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает газохроматографическую методику количественного химического анализа проб питьевых, природных и сточных вод для определения в них содержания капролактама в диапазоне концентраций от 0,1 до 5 мг/дм^3. При концентрации капролактама в пробе более 2 мг/дм^3 требуется разбавление элюата.

Продолжительность анализа 40 мин.

Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

1. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон измеряемых концентраций, относительные показатели точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости σ_r,%	Показатель воспроизводимости σ_R,%	Показатель правильности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,1 до 1,0 включительно	12	17	10	35
св. 1,0 до 5,0 включительно	10	12	8	25

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения концентраций капролактама выполняют методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора после предварительного концентрирования водной пробы на твердом сорбенте с последующим элюированием капролактама ацетоном.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

3.1. Средства измерений

3.1.1. Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

3.1.2. Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

3.1.3. Мензурки вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

3.1.4. Микрошприцы вместимостью 10, 50, 100 и 500 $мм^3$, например, фирмы "Hamilton".

3.1.5. Пипетки градуированные вместимостью 1 $см^3$ по ГОСТ 29227, класс точности 2.

3.1.6 Стандартный образец (МСО или ГСО) капролактама в виде раствора в воде с относительной погрешностью аттестованного значения не более 4 %.

3.1.7. Цилиндры мерные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

3.1.8. Хроматограф газовый в комплекте:

- Детектор пламенно-ионизационный (ПИД) чувствительностью не менее $1*10^{-8}$ г/с (по углероду), термостатируемый в диапазоне температур от 120 до 350 °С.

- Инжектор с делителем потока газа-носителя (или без делителя потока газа-носителя), термостатируемый в диапазоне температур от 20 до 250 °С.

- Термостат, позволяющий проводить программирование в диапазоне температур от 50° до 250°С со скоростью подъема температуры от 2 до 5 °С/мин.

- Колонки хроматографические капиллярные (см. п. 3.4.5)

- Электрометр с рабочим диапазоном от 0 до 10 А; максимальной чувствительностью 10^{-9}А, стабильностью показаний 0,02 % или лучше.

Допускается использовать хроматограф любой другой марки, позволяющий проводить хроматографический анализ в условиях, приведенных в п. 8.1, с необходимой чувствительностью.

Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

3.2. Посуда лабораторная

3.2.1. Воронки для фильтрования В-25-50 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

3.2.2. Флаконы, герметично закрывающиеся, с завинчивающимися крышками, вместимостью 1,5–2 $см^3$ и 5 $см^3$, снабженные прокладками с тефлоновым покрытием.

3.3. Вспомогательные устройства

3.3.1. Бидистиллятор стеклянный по ТУ 25-11.1592-81 или установка для получения деионизированной воды 2 степени чистоты по ИСО 3696.

3.3.2. Компьютер персональный, позволяющий работать с программным обеспечением (или интегратор).

3.3.3. Пенный расходомер.

3.3.4. Принтер любой, например, "LaserJet-5p" фирмы "Hewlett Packard".

3.3.5. Установка вакуумная для пробоподготовки методом твердофазной экстракции, состоящая из установки для пробоподготовки на 12 мест, например, фирмы «Alltech» (Франция) и вакуумного насоса, создающего разрежение не более 3,7 Па ($37*10^{-3}$ торр), например, «ЕС-4М» фирмы «D.V.P.Vacuum Technology» (Италия).

3.3.6. Холодильник бытовой с холодильной камерой, обеспечивающий температуру 2–10 °С.

3.3.7. Шкаф сушильный типа СНОЛ ТУ 16-681.032.

3.4. Материалы

3.4.1. Бумага индикаторная универсальная, например, ПНД 50-975-84 («Лахема», Чехия).

3.4.2. Водород сжатый по ГОСТ 3022.

3.4.3. Воздух сжатый по ТУ 6 21.

3.4.4. Гелий сжатый по ТУ 51-940.

3.4.5. Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая с фазой Free Fatty Acid Phase (FFAP) длиной 30 м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщиной слоя 1 мкм, например, DB-FFAP фирмы «Agilent Technologies» (США), или колонка хроматографическая капиллярная кварцевая с фазой (5 % фенил)-метилсиликона длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм и толщиной пленки 0,25 мкм, например, DB-5MS (или DB-5) фирмы «Agilent Technologies» (США), или аналогичная.

3.4.6. Патроны концентрирующие «Диапак С16» (Россия) с эффективностью сорбции и десорбции анализируемого вещества не менее 93%.

3.4.7. Фильтры бумажные плотные узкопористые, например, синяя лента по ТУ 6-09-1181.

3.4.8. Шприцы однократного применения вместимостью 2, 10, 20 $см^3$.

Допускается использование других вспомогательных устройств, материалов и посуды с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

3.5. Реактивы

3.5.1. Ацетон, ч.д.а. по ГОСТ 2603.

3.5.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деионизированная по ИСО 3696 (2 класс чистоты).

Допускается использование других реактивов при условии, что их квалификация не хуже, чем у вышеуказанных.

4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

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

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

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

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

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию инженера или техника-химика, владеющих методом хроматографического анализа, знающих конструкцию, принцип действия и правила эксплуатации данного оборудования.

К выполнению работ по пробоподготовке допускают лиц, имеющих квалификацию техника-химика или лаборанта-химика, обученных методике подготовки пробы для хроматографического анализа.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (20 – 28) °С,
- относительная влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С,
- частота переменного тока (50±1) Гц,
- напряжение в сети (220±22) В

7. ОТБОР ПРОБ ВОДЫ

7.1. Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 "Вода. Общие требования к отбору проб" и ГОСТ Р 51953 "Отбор проб. Питьевая вода" в стеклянные флаконы. Объем отбираемой пробы воды должен быть не менее 0,1 $дм^3$.

7.2. Пробу можно хранить при температуре 2–10 °С не более 7 суток.

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

- место, время и дата отбора;
- цель анализа;
- шифр пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка аппаратуры

Газовый хроматограф и компьютер (или интегратор) готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В качестве газа-носителя используют водород (или гелий). Ввод пробы в колонку осуществляют через термостатируемый инжектор с использованием прокладки из термостойкой резины.

Аппаратуру включают в соответствии с инструкцией по эксплуатации и выводят на режим при следующих рекомендуемых условиях:

Скорость газа-носителя	2–20 $см^3$/мин
Скорость потока воздуха	200–400 $см^3$/мин
Скорость потока водорода	20–30 $см^3$/мин

Коэффициент динамического деления потока в инжекторе	10:(6–8)
Температура испарителя	200–280 °С
Температура колонки	
начальная	100 °С
конечная	120–190 °С
Скорость подъема температуры	2–5°С/мин Температура детектора 220–300°С
При использовании интегратора:	
Скорость диаграммной ленты	0,25 см/мин
Объем вводимой пробы	0,001–0,005 $см^3$
Шкала электрометра	10^0
Аттенюация электрометра	2^0
Аттенюация интегратора	4–8

8.2. Подготовка хроматографической колонки

Капиллярную колонку с неподвижной фазой DB-FFAP (или DB-5MS) кондиционируют при температуре 100 °С 1 час и при температуре 200 °С 12 часов в токе газа-носителя. Завершив кондиционирование, колонку охлаждают, подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

8.3. Подготовка концентрирующих патронов к анализу

Через патрон пропускают по каплям сначала 2 $см^3$ ацетона, а затем 10 $см^3$ дистиллированной воды с помощью шприцев однократного применения (вместимостью соответственно 2 и 10 $см^3$) и вакуумной установки. Патроны закрывают заглушками и хранят до анализа не более 3 суток.

8.4. Приготовление аттестованных растворов

В качестве основного раствора используют стандартный образец (СО).

Основной раствор хранят не более 3 месяцев после вскрытия герметичной упаковки при температуре 2–10 °С.

Градуировочные растворы капролактама с концентрациями 0,1–0,25–0,5–1,0–2 мг/дм^3 готовят разбавлением основного раствора. При использовании СО с концентрацией 1 мг/см^3 в мерные колбы вместимостью 100 см^3 с помощью микрошприца отбирают соответственно 0,01; 0,025; 0,05; 0,1 и 0,2 см^3 основного раствора и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения градуировочных растворов при температуре 2–10 °С не более 7 суток.

8.5. Установление градуировочной характеристики

Компьютер (или интегратор) устанавливают в режим измерения факторов отклика по методу абсолютной градуировки.

Градуировку хроматографа проводят в условиях выполнения измерений. Для этого по 20 см^3 градуировочного раствора с помощью шприца однократного применения и вакуумной установки пропускают через откондиционированный (см. п. 8.3) патрон "Диапак" со скоростью приблизительно 5 см^3/мин. Остатки воды выдувают током воздуха, используя тот же шприц, и элюируют капролактам 2 см^3 ацетона (используют шприц однократного применения вместимостью 2 см^3). Элюат собирают во флакон вместимостью 1,5-2 см^3 и герметично укупоривают. Процедуру концентрирования для каждого градуировочного раствора проводят дважды, используя два патрона.

Примечание: ацетоновый элюат можно хранить не более 3 месяцев при температуре 2-10 °С.

Ацетоновый элюат хроматографируют при условиях, указанных в п. 8.1, по одному разу для каждого из двух патронов, рассчитывая каждый раз относительные градуировочные коэффициенты – факторы отклика RF (отношение площади пика к количеству компонента в стандартном растворе), полученные результаты параллельных определений усредняют.

Процедуру градуировки проводят для каждого из 5 градуировочных растворов. При этом получают 5 значений факторов отклика RF. Эти значения усредняют и используют в качестве градуировочного коэффициента при программировании интегратора.

Градуировочные характеристики во всем диапазоне концентраций устанавливают не реже 1 раза в квартал, а также при использовании новой партии патронов и замене колонки.

Проверку стабильности работы хроматографа осуществляют перед анализом серии проб по результатам анализа одного из градуировочных растворов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение концентрации градуировочного раствора отличается от аттестованного значения не более чем на 20 %. Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, выполняют повторное хроматографирование для этого раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность. Если градуировочная характеристика по-прежнему нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием этого же градуировочного раствора.

При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают заново градуировочную характеристику.

Пример типичной хроматограммы капролактама представлен в Приложении 2.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений концентраций капролактама выполняют следующие операции:

9.1. Подготовка аппаратуры

Хроматограф выводят на режим в соответствии с условиями, указанными в п. 8.1. Компьютер устанавливают в режим измерения концентраций для метода абсолютной градуировки с использованием определенных при градуировке градуировочных коэффициентов (интегратор устанавливают в режим измерения концентраций для метода абсолютной градуировки и вводят в него ранее определенные градуировочные коэффициенты).

9.2. Подготовка пробы и выполнение измерений

40–50 $см^3$ анализируемой пробы воды фильтруют через бумажный фильтр в мензурку вместимостью 50 $см^3$. Затем шприцем однократного применения отбирают 20 $см^3$ отфильтрованной пробы и пропускают через откондиционированный патрон "Диапак" с помощью вакуумной установки со скоростью приблизительно 5 $см^3$/мин. Патрон отсоединяют, остатки воды выдувают током воздуха, используя тот же шприц. После этого через патрон элюируют 2 $см^3$ ацетона с помощью шприца однократного применения вместимостью 2 $см^3$, элюат собирают во флакон вместимостью 1,5-2 $см^3$ и герметично укупоривают.

Полученные ацетоновые элюаты хроматографируют в тот же день. В случае невозможности немедленного проведения анализа элюаты хранят в герметично закрытой посуде в холодильнике при температуре 2–10 °С не более 3-х суток. Элюаты, хранившиеся в холодильнике, перед анализом необходимо выдержать при комнатной температуре в течение 20 минут.

В испаритель хроматографа вводят 1–5 $мм^3$ полученного ацетонового элюата.

Капролактам идентифицируют по времени удерживания в соответствии с градуировкой. В случае, когда концентрация определяемого соединения в пробе выше, чем верхний предел диапазона измерений, пробу следует разбавить и провести измерение концентрации разбавленной пробы. При вычислении результатов измерении необходимо учесть степень разбавления.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработку результатов измерений концентраций капролактама выполняют с помощью интегратора в соответствии с градуировкой по величине факторов отклика или рассчитывают по формуле:

$$X = C_{ст} \frac{S_x}{S_{ст}} \text{ мг/дм}^3 \text{, где}$$

X – концентрация капролактама в пробе, мг/дм^3;

Sx – площадь пика капролактама в анализируемом элюате, мВ*с;

Сст – концентрация капролактама в градуировочном растворе, мг/дм^3;

Sст – площадь пика капролактама в градуировочном растворе, мВ*с.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Результаты количественного анализа в протоколе представляют в виде:

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

где $\Delta = \delta * 0{,}01 * X$,

δ - значение характеристики погрешности (показателя точности) (табл. 1).

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

при концентрации от 0,1 мг/дм^3 до 1,0 мг/дм^3 - 0,01 мг/дм^3

при концентрации свыше 1,0 мг/дм^3 - 0,1 мг/дм^3

12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 2.

12.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

Таблица 2

Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм^3	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости, R, %
от 0,1 до 1,0 вкл.	34	48
св. 1,0 до 5,0 вкл.	28	34

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

- контроль стабильности результатов измерений путем контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности;

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений путем оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур (с использованием метода добавок, с использованием образцов для контроля и т.п.), а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

13.2. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля:

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_K = X - C,$$

где X–результат анализа;

C–аттестованное значение капролактама в образце для контроля.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля К по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ – характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

Примечание: На первом этапе допускается считать $\Delta_л = 0{,}84\,\Delta$, где Δ – показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

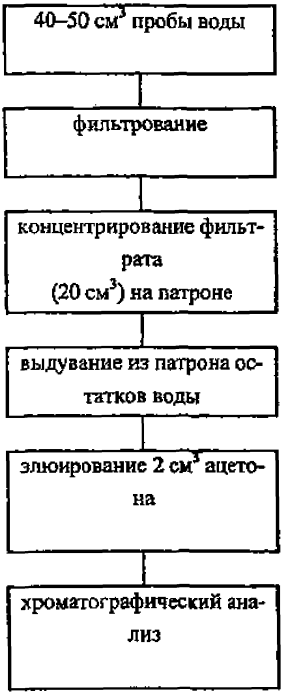
$$|K_к| \le |K|,$$

процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

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

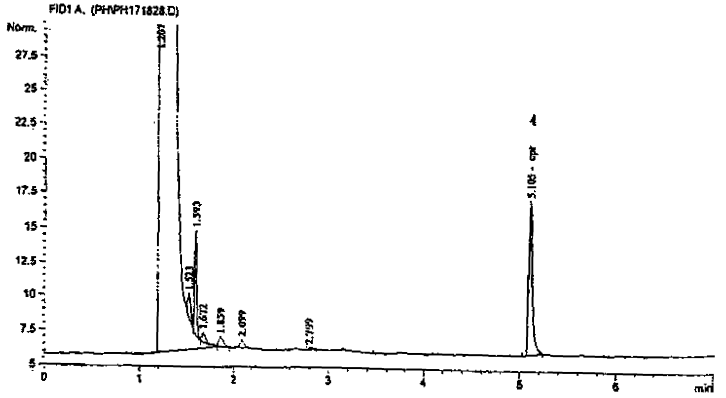
ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (рекомендуемое)

Блок-схема выполнения анализа капролактама



ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Пример типичной хроматограммы капролактама



1 – КАПРОЛАКТАМ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4 | Факс: (3432) 502-039 | Телефон: (3432) 502-618 | E-mail: [illegible]

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia | Fax: (3432) 502-039 | Phone: (3432) 502-618 | E-mail: [illegible]

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.11.083 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации капролактама в пробах питьевых, природных и сточных вод газохроматографическим методом,*
разработанная *Аналитическим Центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (г. Москва),*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.
Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*
В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\Delta$, %
от 0.1 до 1.0 вкл.	12	17	10	35
св. 1 до 5 вкл.	10	12	8	25

2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.1 до 1.0 вкл.	48
св. 1 до 5 вкл.	34

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности)

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.
Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

4 Дата выдачи свидетельства 23.04.2004 г.

научной работе
М.П.

И.Е.Добровинский

gost.e-ecolog.ru