МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ



"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
_____ В.Ф.Костин
марта 1996г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

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

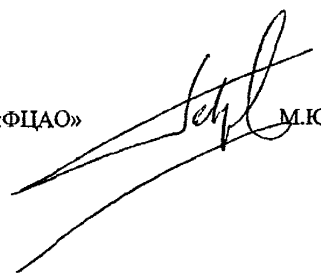
ПНД Ф 14.1:2:4.58-96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

Москва 1996 г.
(издание 2009 г.)

gost.e-ecolog.ru

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

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО»  М.Ю.Гавриков

Регистрационный код МВИ по Федеральному реестру: ФР.1.31.2009.06194

Разработчик:

Аналитический центр ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22
Телефон/факс: (495) 439-52-13
Электронный адрес: gost.e-ecolog.ru
Адрес сайта: gost.e-ecolog.ru

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовых концентраций гидрохинона в питьевых, природных и сточных водах в диапазоне от 0,2 до 4 мг/дм^3.

Допускается выполнять измерения массовых концентраций гидрохинона свыше 4,0 мг/дм^3. Для этого требуется разбавление экстракта.

Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Измерения массовой концентрации гидрохинона выполняют методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора после количественной экстракции гидрохинона из воды диэтиловым эфиром и концентрирования экстракта упариванием.

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений массовых концентраций гидрохинона с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1.

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

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), $\pm \delta_C$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm \delta$, %
Питьевые воды				
от 0,2 до 1 вкл.	9	12,5	6	25
св. 1 до 4 вкл.	7	10	4	20
Природные и сточные воды				
от 0,2 до 4 вкл.	10	14,5	7	29

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

3.1. Средства измерений

3.1.1. Хроматограф газовый в комплекте:

- Детектор пламенно-ионизационный (ПИД).
- Устройство для автоматического отбора и ввода проб.
- Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм и толщиной пленки 0,25 мкм. Рекомендуемая фаза – 5 % фенил-метилполисилоксан, например, DB-5MS (или DB-5) фирмы «Agilent Technologies» (США).

3.1.2. Весы лабораторные по ГОСТ 24104 общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г с ценой деления 0,1 мг.

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

3.1.4. Мензурки вместимостью 50, 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

3.1.5. Микрошприцы вместимостью 0,010, 0,050, 0,10, 0,25 и 0,5 $см^3$ фирмы «Hamilton».

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

3.1.7. Пробирки (исполнения 1) вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Допускается использовать другие средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

3.2. Вспомогательные устройства и лабораторная посуда

3.2.1. Баня песчаная с температурным режимом 50–75 °С, снабженная регулятором температуры, например, фирмы «Gerhardt».

3.2.2. Бидистиллятор стеклянный по ТУ 25-11.1592 или установка для получения деионизированной воды 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

3.2.3. Воронки делительные ВД-3 250 по ГОСТ 8613.

3.2.4. Воронки для фильтрования В-25-50 ХС и В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

3.2.5. Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

3.2.6. Компьютер персональный, позволяющий работать с программным обеспечением для управления хроматографом, сбора информации и обработки хроматограмм.

3.2.7. Принтер любой.

3.2.8. Стаканы химические вместимостью 25 и 150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

3.2.9. Устройство для встряхивания емкостей с жидкостью любого типа, например, шюттель-аппарат на 6 мест для делительных воронок вместимостью 250 $см^3$ фирмы «Agitelec», каталог «Fisher Lab».

3.2.10. Флаконы герметично закрывающиеся с завинчивающимися крышками вместимостью 1,5–2 $см^3$, 5 и 10 $см^3$, снабженные прокладками с тефлоновым покрытием.

3.2.11. Холодильник двухкамерный бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры (2–10) °С и морозильной камеры –(12–24) °С.

3.2.12. Шкаф сушильный типа СНОЛ ТУ 16-681.032.

3.3. Материалы

3.3.1. Бумага индикаторная универсальная.

3.3.2. Вата медицинская хирургическая хлопковая по ГОСТ 5556.

3.3.3. Водород сжатый по ГОСТ 3022.

3.3.4. Воздух сжатый по ТУ 6 21.

3.3.5. Гелий сжатый по ТУ 51-940.

Допускается использовать другие вспомогательные устройства и материалы с аналогичными характеристиками.

3.4. Реактивы

3.4.1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деминерализованная (по ГОСТ Р 52501 2 степени чистоты).

3.4.2. Гидрохинон – вещество гарантированной чистоты с содержанием основного вещества не менее 98 % производства фирм «Merk» (Германия), «ChemServise» (США) или любой другой.

3.4.3. Диэтиловый эфир стабилизированный медицинский по ТУ 2600-001-45682126 х.ч. или по ГОСТ 6265.

3.4.4. Кислота серная концентрированная, х.ч. по ГОСТ 4204.

3.4.5. Метанол, х. ч. по ГОСТ 6995.

3.4.6. Натрий гидроокись, ч. по ГОСТ 4328.

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

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

Допускается использовать стандартные образцы или вещества гарантированной чистоты других фирм 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 ОПЕРАТОРОВ

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.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	(20±5) °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 И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

7.1. Отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 «Вода. Общие требования к отбору проб» и ГОСТ Р 51953 «Отбор проб. Питьевая вода». Пробы воды отбирают в стеклянные флаконы. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,25 $дм^3$.

7.2. Пробу можно хранить до анализа при температуре 2–10 °С не более 3-х суток.

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

- место, дату, время отбора;
- определяемые показатели;
- шифр пробы;
- должность, фамилию отбирающего пробу.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора

На компьютере в программе управления создают метод анализа с использованием абсолютной градуировки согласно руководству по эксплуатации программного обеспечения «ChemStation». Газовый хроматограф и устройство для автоматического отбора и ввода проб готовят к работе в соответствии с инструкциями по эксплуатации. В качестве газа-носителя используют гелий.

Параметры газохроматографического анализа:	
Температура детектора	250–350 °С
Температура испарителя	200–240 °С
Температура термостата колонок	
начальная	60–120 °С
конечная	120–250 °С
Время термостатирования при конечной температуре	3–10 мин
Расходы газов	
газа носителя (гелия)	1–2 $см^3$/мин
водорода	30–40 $см^3$/мин
воздуха	400 $см^3$/мин
Коэффициент динамического деления потока в инжекторе	(10–20):1
Скорость потока газа на поддув (гелия) Make up	30–40 $см^3$/мин
Скорость подъема температуры	2–8 °С/мин
Объем хроматографируемой пробы	0,001–0,002 $см^3$

8.2. Подготовка хроматографической колонки

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

8.3. Приготовление градуировочных растворов

Основной градуировочный раствор гидрохинона в метаноле с массовой концентрацией 10 мг/$см^3$ готовят весовым способом. Основной раствор хранят не более 1 года при температуре –(12–24) °С в герметично закрытых флаконах.

Промежуточный градуировочный раствор гидрохинона с массовой концентрацией 1 мг/$см^3$ готовят разбавлением основного раствора в 10 раз метанолом. Промежуточный раствор хранят не более 6 месяцев при температуре –(12–24) °С в герметично закрытых флаконах.

Градуировочные растворы гидрохинона с массовой концентрацией 0,01-0,03-0,06-0,08-0,1-0,2-0,3 мг/см^3 готовят путем разбавления промежуточного раствора. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 см^3 помещают последовательно 0,1-0,3-0,6-0,8-1,0-2,0-3,0 см^3 промежуточного раствора и доводят объем раствора до метки метанолом. Приготовленные градуировочные растворы хранят не более 6 месяцев при температуре –(12–24) °С в герметично закрытых флаконах.

Перед использованием градуировочные растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

Допускается использовать в качестве основных градуировочных растворов растворы с другой массовой концентрацией с корректировкой схемы приготовления градуировочных растворов.

8.4. Установление градуировочной характеристики

Компьютер устанавливают в режим измерения факторов отклика по методу абсолютной градуировки.

Каждый из 7-и градуировочных растворов хроматографируют дважды при условиях, указанных в п. 8.1

Затем с помощью программного модуля градуировки управляющей программы получают для каждого анализируемого вещества градуировочный график и относительный градуировочный коэффициент А, который используют при обработке результатов измерений (см. п.10).

Коэффициент линейной корреляции должен быть не менее 0,98.

Градуировку хроматографа проводят не реже 1 раза в 6 мес., а также при замене хроматографической колонки или после ремонта оборудования, повлекшего за собой изменение условий хроматографирования.

Проверку стабильности работы хроматографа осуществляют ежедневно 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 %, а времена удерживания компонентов отклоняются не более, чем на 20 с. Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, проводят повторное хроматографирование для этого раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

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

8.5. Установление поправочного коэффициента

Образцы для установления поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке, представляют собой смеси, аттестованные по процедуре приготовления, с аттестованными значениями гидрохинона, соответствующими нижней, верхней границам и середине диапазона измерений. Для приготовления аттестованных растворов используют ГСО или вещество гарантированной чистоты, а в качестве матрицы – рабочую пробу питьевой, природной или сточной воды, не содержащую определяемое вещество.

Для установления поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке, в мензурку вместимостью 250 $см^3$ с 200 $см^3$ реальной пробы воды добавляют растворы гидрохинона с аттестованными значениями и проводят пробоподготовку по п. 9.2. Для определения поправочных коэффициентов для всего диапазона измерения такую процедуру повторяют для каждой аттестованной смеси с содержанием гидрохинона вблизи нижней и *верхней границ диапазона и на уровне середины диапазона измерений.* Полученные экстракты хроматографируют и определяют массовую концентрацию каждого определяемого вещества в образце пробы воды, подвергнутом процедуре пробоподготовки. Затем вычисляют поправочный коэффициент $К_{пi}$, учитывающий потери при пробоподготовке, как отношение измеренного значения массовой концентрации гидрохинона в образце, подвергнутом процедуре пробоподготовки, к аттестованному значению массовой концентрации этого вещества в образце по формуле:

$$K_{пi} = \frac{X_i}{C_i} \quad ,$$

где X_i – измеренное значение массовой концентрации гидрохинона в *i*-ом образце, мг/$дм^3$;

C_i – аттестованное значение массовой концентрации гидрохинона в *i*-ом образце, мг/$дм^3$;

Для каждой выбранной точки диапазона измерений используют не менее 10 образцов с одинаковой массовой концентрацией и рассчитывают $К_{пi}$ для каждого выбранного результата. Поправочный коэффициент $К_{пср}$, учитывающий потери при пробоподготовке, для всего диапазона измерений рассчитывают как среднее арифметическое значение полученных коэффициентов $К_{пi}$. *Поправочный коэффициент обязательно устанавливают при внедрении методики.*

$К_{пср}$ проверяют при смене оператора, осуществляющего пробоподготовку, путем анализа образцов для контроля в соответствии с п. 13.2. При получении удовлетворительных результатов контроля используют ранее установленный $К_{пср}$. В случае получения отрицательных результатов контроля $К_{пср}$ устанавливают заново.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовых концентраций гидрохинона выполняют следующие операции:

9.1. Подготовка аппаратуры

Газовый хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с условиями, указанными в п. 8.1. На компьютере в программе управления активизируют метод анализа.

9.2. Подготовка пробы и выполнение измерений

В мензурку вместимостью 250 $см^3$ помещают 200 $см^3$ анализируемой воды, добавляют 50 г натрия хлористого, подкисляют раствором хлороводородной кислоты до pH ≤2. Содержимое мензурки переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и далее проводят экстракцию одним из нижеприведенных способов.

Проведение экстракции ручным способом: добавляют в делительную воронку 25 $см^3$ диэтилового эфира и интенсивно встряхивают в течение 3 минут, открывая периодически кран воронки, чтобы выпустить пары эфира, содержимое отстаивают до полного разделения слоев. Затем водный слой сливают в мензурку, а эфирный – в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Экстракцию повторяют еще два раза, экстракты обьединяют в конической колбе.

Проведение экстракции с использованием шюттель-аппарата: добавляют 100 $см^3$ эфира диэтилового, делительную воронку закрывают притертой пробкой, несколько раз интенсивно встряхивают, открывая периодически кран воронки, чтобы выпустить пары диэтилового эфира. Затем делительную воронку устанавливают в кольцо шюттель-аппарата, закрепляют держателем и включают шюттель-аппарат на 10 мин. со скоростью 60–80 встряхиваний в мин. После остановки шюттель-аппарата делительную воронку оставляют в покое до разделения фаз (~15 мин), после чего эфирный слой (экстракт) отделяют от водного слоя, пропуская через коническую воронку с 6–8 г (слой ~1,5 см) безводного натрия сернокислого (на дно конусной части воронки следует положить немного ваты), собирая экстракт в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Затем делительную воронку обмывают 5–10 $см^3$ диэтилового эфира и промывают этим эфиром воронку с натрием сернокислым.

Экстракт упаривают на песчаной бане при температуре (60±5) °С до объема 2–3 $см^3$. После этого экстракт количественно переносят в мерную пробирку вместимостью 10 $см^3$, колбу обмывают 1–2 $см^3$ эфира, экстракт и смыв объединяют и упаривают до конечного объема 1 $см^3$ (нельзя упаривать

досуха!) на песчаной бане. Затем экстракт переносят во флакон вместимостью 2 $см^3$ и герметично закрывают.

9.5. Выполнение измерений

Полученные экстракты хроматографируют в тот же день. В случае невозможности немедленного проведения анализа экстракты хранят в герметично закрытых флаконах в морозильной камере при температуре –(12–24) °С не более 7 суток. Экстракты, хранившиеся в холодильнике, перед анализом необходимо выдержать при комнатной температуре не менее 20 минут.

В случае, когда массовая концентрация гидрохинона в экстракте выше массовой концентрации максимальной точки градуировочной характеристики, экстракт следует разбавить метанолом и провести измерение массовой концентрации разбавленного экстракта. При вычислении результатов анализа необходимо учесть степень разбавления.

Гидрохинон идентифицируют по абсолютным временам удерживания в соответствии с градуировкой, время удерживания должно отличаться от установленного при градуировке не более чем на 20 с. Расчет массовой концентрации гидрохинона проводят по площади пика на хроматограмме, результаты измерений обрабатывают в соответствии с п. 10.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработку результатов измерений массовых концентраций гидрохинона выполняют с помощью управляющей программы в соответствии с градуировочной характеристикой с учетом концентрирования и потерь при пробоподготовке по формуле:

$$X = \frac{Sx * Vэ}{A * K_{пср} * Va} \text{ мг/дм}^3,$$

где: **X** – массовая концентрация гидрохинона в пробе, $мг/дм^3$;

Sx – площадь пика гидрохинона в анализируемом экстракте, мВ*с;

Vэ – объем экстракта, $см^3$;

A – относительный градуировочный коэффициент, $мВ*с*см^3/мг$;

Va – объем анализируемой пробы воды, $дм^3$;

$\mathbf{K_{пср}}$ – поправочный коэффициент, учитывающий потери при пробоподготовке (см. п. 8.5).

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Результаты анализа (X) в протоколе представляют в виде:

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

где $\Delta = \delta * 0{,}01 * X$.

δ – значение показателя точности (см. табл.1).

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

при массовой концентрации от 0,2 мг/дм^3 до 1,0 мг/см^3 – 0,01 мг/дм^3;
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 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в табл. 2.

12.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в табл. 2.

Таблица 2 - Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Питьевые воды		
от 0,2 до 1 вкл. св. 1 до 4 вкл.	25 19	35 28
Природные и сточные воды		
от 0,2 до 4 вкл.	28	41

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений путем оценки погрешности с использованием образцов для контроля;
- контроль стабильности результатов измерений путем контроля стабильности погрешности и среднеквадратического отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности.

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

13.2. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

Образцами для контроля (ОК) являются растворы гидрохинона, приготовленные с использованием вещества гарантированной чистоты. Для приготовления ОК используют дистиллированную воду или рабочую пробу воды, не содержащую гидрохинон.

Анализируют ОК в соответствии с прописью методики. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_K = X - C \text{, где}$$

X – результат анализа, мг/дм^3;

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

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

$K = \Delta_л$, где

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

Примечание: На первом этапе допускается считать $\Delta_л = 0{,}84\ \Delta$, где Δ – показатель точности МВИ рассчитанный по формуле: $\Delta = \delta \times 0{,}01 \times X$, где δ показатель точности (см. табл. 2), X – результат анализа ОК.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le |K|,$$

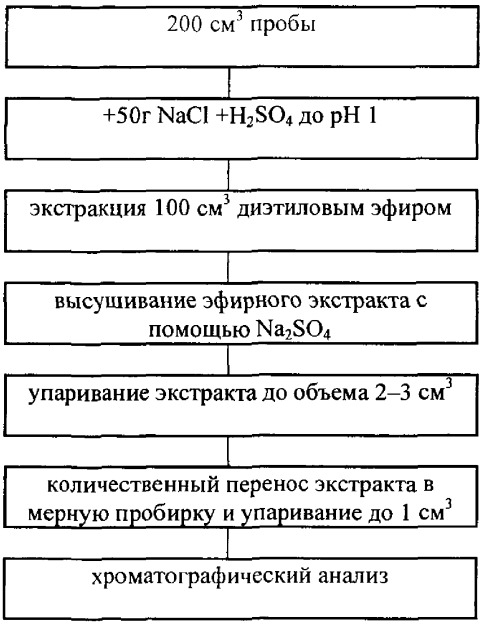
процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Блок-схема анализа гидрохинона



2166

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.01.11.64 / 2008

Методика выполнения измерений массовой концентрации гидрохинона в питьевых, природных и сточных водах газохроматографическим методом,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО "РОСА",

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе **С.В. Медведевских**

Зав. лабораторией Г.И.Терентьев

Дата выдачи: 06.08.2008г.

Срок действия:

М.П.

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

METRON

Приложение к свидетельству № 223.1.01.11.64 / 2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации гидрохинона
в питьевых, природных и сточных водах
газохроматографическим методом

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

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), $\pm \delta_c$, %	Показатель точности[*] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
Питьевые воды				
от 0.2 до 1 вкл.	9	12.5	6	25
св. 1 до 4 вкл.	7	10	4	20
Природные и сточные воды				
от 0.2 до 4 вкл.	10	14.5	7	29

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

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, %
Питьевые воды	
от 0.2 до 1 вкл.	35
св. 1 до 4 вкл.	28
Природные и сточные воды	
от 0.2 до 4 вкл.	41

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры 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 оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Старший научный сотрудник
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ» Кочергина О.В.

gost.e-ecolog.ru