МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
_____В.Ф.Костин
"29" августа 1995г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БЕНЗОЛА И ТОЛУОЛА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 14.1:2.6-95

(ФР 1.31.2007.03768)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1995 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ.

Главный метролог Минприроды РФ А.А.Карпухин

Разработчик:

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО») – ранее Главное управление аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК)
Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86
Телефон: (495) 943-29-44; телефон/факс: (495) 781-64-95;
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.11.014/2004 в МВИ внесены изменения (*Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004).*

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает хроматографическую методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них летучих ароматических углеводородов (ЛАУ) при массовой концентрации:

бензола - от 0,0125 до 0,75 мг/дм^3 включительно;

толуола - от 0,0125 до 0,75 мг/дм^3 включительно.

1. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспризводимости), σ_R, %
1	2	3	4
Бензол			
от 0,0125 до 0,05 вкл.	27	9	13
св. 0,05 до 0,25 вкл.	20	6	9
св. 0,25 до 0,75 вкл.	18	5	8

ПНД Ф 14.1.6-95 *(2)Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.*

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
Толуол			
от 0,0125 до 0,05 вкл	27	9	13
св. 0,05 до 0,25 вкл.	21	7	10
св. 0,25 до 0,75 вкл.	20	6	9

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. МЕТОД АНАЛИЗА

Настоящая методика предназначена для выполнения измерений массовой концентрации ЛАУ (бензола и толуола) в пробах природных и очищенных сточных вод методом анализа равновесного пара на хроматографе с насадочной колонкой и пламенно-ионизационным детектором.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, оборудование и материалы:

3.1. Средства измерений, оборудование и материалы

3.1.1. Газовый хроматограф, укомплектованный пламенно-ионизационным детектором и системой термостатирования, обеспечивающей поддержание температур колонок и детектора от 50 до 220°С, типа ЛХМ-80 или любой другой, обладающий метрологическими характеристиками не хуже указанного.

3.1.2. Системы обработки данных (аналоговые или цифровые интеграторы, микропроцессоры, устройства для подключения прибора к внешним ЭВМ и т.д.).

3.1.3. Газохроматографическая колонка аналитическая из стекла длиной 2 м, с внутренним диаметром 3 мм, имеющая узлы крепления, соответствующие конфигурации применяемого хроматографа.

3.1.4. Редуктор газовый кислородный ДКП-1-65.

3.1.5. Редуктор газовый водородный ДВП-2-80.

3.1.6. Баллон газовый азотный вместимостью 40 дм^3.

3.1.7. Баллон газовый воздушный вместимостью 40 дм^3.

3.1.8. Баллон газовый водородный вместимостью 40 дм^3.

3.1.9. Расходомер с мыльной пленкой на расход от 20-300 см^3/мин.

3.1.10. Секундомер двухстрелочный С-11/б.

3.1.11. Шприцы медицинские типа "Рекорд" вместимостью 2 и 5 см^3.

3.1.12. Иглы инъекционные к шприцу типа "Рекорд" JAJ-06 25-1.

3.1.13. Склянка из темного стекла вместимостью 150 см^3 с пенициллиновой пробкой и навинчивающейся пластмассовой крышкой - сосуд для газовой экстракции.

3.1.14. Сушильный шкаф или термостат, обеспечивающий поддержание температуры 80±1,0°С.

3.2. Реактивы

3.2.1. Инертон AW-DMCS (0,25-0,5) с нанесенным на него Carbowax-6000 с массовой долей 10 %.

3.2.2. Растворители для мытья колонок:

- гексан, ТУ 6-09-4521-77;
- гептан, ТУ 6-09-4520-77;
- изооктан, ТУ 6-09-921-76,
- ацетон, ГОСТ 2603;
- спирт этиловый, ГОСТ 18300.

3.2.3. Сжатый воздух по ГОСТ 9-010.

3.2.4. Сжатый водород по ГОСТ 3022.

3.2.5. Сжатый азот, ТУ 6-21-39-79.

3.2.6. Кислота аскорбиновая медицинская, ТУ 64-5-95.

3.2.7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

ПНД Ф 14.1.6-95 (*) ***Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.***

4.2. Электробезопасность в соответствии с инструкцией по работе на хроматографе и по ГОСТ 12.1.019.

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

4.5. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлениям до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать "Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов, газопроводов при давлении до 15 МПа (150 кгс/см^2)", а также "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением".

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим и средне-специальным образованием, имеющим навыки работы на газовых хроматографах, имеющим удостоверение на право работы с установками, находящимися под давлением до 15 МПа, и проработавшим в химической лаборатории не менее двух лет.

6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:
температура детектора 220°С;
температура испарителя 100°С;
температура термостата колонок 80° С;
расход газа-носителя, через колонку - 40 см^3/мин.;
расход водорода - 30 см^3/мин.;
расход воздуха - 300 см^3/мин.;
объем вводимой пробы - 2 см^3.

При хроматографировании следует стремиться к тому, чтобы концентрация анализируемых компонентов находилась в пределах концентраций аттестованных (градуировочных) растворов. Оптимальный вариант количественного анализа - при одинаковой дозировке пробы и аттестованного (градуировочного) раствора высоты пиков должны быть соизмеримы.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

7.1. Подготовка хроматографической колонки

Стеклянную хроматографическую колонку тщательно промывают, как указано в инструкции по эксплуатации, после чего высушивают, продувая сухим профильтрованным воздухом или инертным газом.

Подготовленную колонку заполняют инертоном AW-DMCS (0,25-0,5 мм) с нанесенным на него Carbowax-6000 с массовой долей 10 %, тщательно уплотняя насадку с помощью вакуумного насоса и постукивания.

Заполненную колонку устанавливают в хроматограф и подключают к испарителю, не подсоединяя второй конец колонки к детектору, прогревают в токе азота от 60 до 180°С со скоростью 2°С/мин и выдерживают при 180°С в течение 4 часов. По окончании кондиционирования колонку охлаждают.

7.2. Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

Подготовленную по п. 7.1 хроматографическую колонку подсоединяют к детектору, установив предварительно с помощью пенного расходомера расход газа-носителя через колонку. Проверяют герметичность соединений.

Устанавливают необходимый режим работы хроматографа. После вывода прибора на рабочий режим вводят 2-3 раза по 2 $см^3$ стандартную газовую смесь и проверяют эффективность разделения.

7.3. Приготовление аттестованных растворов ЛАУ

7.3.1. Приготовление основного раствора ЛАУ.

Перед проведением операций по приготовлению основных растворов ЛАУ необходимо препараты ЛАУ и этиленгликоль выдержать в течение двух часов в помещении, где будут готовиться растворы.

В предварительно взвешенную склянку вместимостью 10 $см^3$ помещают 10,0 $см^3$ этиленгликоля и взвешивают в закрытом состоянии. Микрошприцем добавляют примерно 1,5 $мм^3$ препарата ЛАУ и вновь

взвешивают. Исходя из полученных навесок, рассчитывают концентрацию бензола или толуола в этиленгликоле в мг/см^3.

Хранить основные растворы ЛАУ необходимо в холодильнике при температуре не выше 5°С в сосуде с минимальным газовым объемом.

Основные растворы должны быть заменены по истечении 1-2 месяца или при обнаружении изменения концентрации.

7.3.2. Процедура приготовления промежуточного раствора ЛАУ.

Промежуточный раствор концентрацией примерно 1,5 мкг/см^3 готовят из основного раствора (по п.7.3.1) весовым методом разбавлением в воде. Промежуточные растворы хранятся в холодильнике при температуре 10°С в течение 1 недели.

7.3.3. Приготовление аттестованного раствора ЛАУ.

Аттестованный раствор концентрацией 0,001 мкг/см^3 готовят из промежуточного раствора объемным методом разбавлением в воде. Для этого в пикнометр вместимостью 10 см^3 с притертой пробкой помещают 9 см^3 воды. Сюда же прибавляются 10 мм^3 промежуточного раствора, затем объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Аттестованный раствор готовят ежедневно.

Расчет концентрации аттестованного раствора проводят, исходя из концентрации промежуточного раствора.

7.4. Градуировка прибора

Поскольку метод рассчитан для анализа нескольких образцов, где компоненты могут присутствовать в широком диапазоне концентраций, количественную интерпретацию хроматограмм можно проводить методом абсолютной градуировки по предварительно построенным градуировочным кривым.

Для построения градуировочных кривых необходимо приготовить образцы для градуировки (водные растворы определяемых компонентов в концентрации примерно 0,001-0,1 мг/дм^3). Условия анализа образцов для градуировки должны соответствовать условиям, описанным в пункте 6. Необходимо приготовить не менее четырех образцов для градуировки с разными концентрациями исследуемых веществ.

Состав и количество образцов для градуировки по каждому анализируемому компоненту для построения градуировочных кривых приведены в таблицах 2 и 3. Погрешность, обусловленная процедурой приготовления, для образцов для градуировки, не превышает 2,6 %.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки при анализе бензола

Номер образца	Массовая концентрация, мг/дм^3
1	0,0125
2	0,0250
3	0,0750
4	0,1000
5	0,2500
6	0,5000
7	0,7500

Таблица 3

Состав и количество образцов для градуировки при анализе толуола

Номер образца	Массовая концентрация, мг/дм^3
1	0,0125
2	0,0250
3	0,0750
4	0,1000
5	0,2500
6	0,5000
7	0,7500

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. На всех хроматограммах, полученных при выполнении

серии анализов образцов для градуировки, измеряют высоты или площади пиков анализируемых веществ.

По полученным данным строят градуировочные кривые для каждого изучаемого вещества в отдельности. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо хроматографировать 3-5 раз с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения высот или площадей пиков, а по оси абсцисс - величину концентрации вещества в мг/дм^3.

7.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Рабочие градуировочные кривые должны проверяться каждый рабочий день анализом одного-двух аттестованных растворов.

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

$$| X - C | \le 1{,}96\, \sigma_{R_л},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации бензола и толуола в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации бензола и толуола;

$\sigma_{R_л}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_л} = 0{,}84\,\sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

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

8. ОТБОР ПРОБ, ИХ КОНСЕРВИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями **ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб"**[C].

Пробы воды отбирают в стеклянные бутыли вместимостью 0,2-0,25 $дм^3$, закрывают притертыми стеклянными пробками. Объем пробы должен занимать не менее 95 % объема сосуда. Применение полиэтиленовой посуды, резиновых и полиэтиленовых пробок не допускается. Пробы природных и очищенных сточных вод, предназначенные для определения в них ЛАУ, должны быть проанализированы в течение 3-5 часов.

9. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

В чистый сосуд для газовой экстракции помещают навеску аскорбиновой кислоты - 0,5 г для достижения pH=2 и пробу воды, объем которой - 100 $см^3$. Сосуд быстро закрывают пенициллиновой пробкой и навинчивающейся пластмассовой крышкой с отверстием для отбора равновесной газовой фазы. Сосуд интенсивно встряхивают в течение нескольких секунд и оставляют на 25-30 мин при температуре 80°С в термостате или сушильном шкафу.

После установления термодинамического равновесия медицинским шприцем через пенициллиновую пробку отбирают аликвотную часть равновесной газовой фазы объемом 2 $см^3$ и вводят в хроматографическую колонку. При этом температура шприца должна быть не ниже температуры равновесной газовой фазы во избежание конденсации анализируемых компонентов.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовых концентраций в пробах природных и очищенных сточных вод выполняют следующие операции.

ПНД Ф 14.1.6-95 [C]***Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.***

10.1. Качественный анализ

Идентификацию пиков проводят по совпадению их параметров удерживания с данными, полученными для известных веществ. При этом целесообразно использовать такие характеристики, как время удерживания, относительное время удерживания.

10.2. Количественный анализ

После выхода прибора на режим снимается хроматограмма воды для определения степени чистоты аналитической системы, по две хроматограммы анализируемых проб. При удовлетворительном состоянии системы дважды снимается хроматограмма аттестованного раствора для проверки градуировочных кривых. При этом объемы вводимых проб выдерживаются строго одинаковыми и такими, какие использовались при построении градуировочных графиков. На хроматограммах определяются параметры удерживания и площади пиков. Расхождение определяемых величин не должно превышать рассчитанных по п.7.5 относительно аттестованного значения массовых концентраций определяемых компонентов ЛАУ.

Совпадение параметров удерживания пиков на хроматограммах анализируемых проб и аттестованного раствора является достаточным для идентификации.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

11.1. Обработку результатов анализа массовых концентраций ЛАУ в пробах природных и очищенных сточных вод проводят по градуировочным графикам или исходя из значений площадей пиков на хроматограммах по следующей формуле:

$$X=a\cdot S_2/S_1,$$

где X - содержание компонента в анализируемой пробе, мг/дм^3;

a - содержание компонента в аттестованном растворе, мг/дм^3;

S_1 -площадь пика для компонента в аттестованном растворе, мм^2;

S_2 - площадь пика для компонента в анализируемом растворе, мм^2.

11.2. Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в

качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4

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, %
Бензол	
св. 0,0125 до 0,05 вкл.	36
от 0,05 до 0,25 вкл.	25
св. 0,25 до 0,75 вкл	22
Толуол	
от 0,0125 до 0,05 вкл	36
св. 0,05 до 0,25 вкл.	28
св. 0,25 до 0,75 вкл.	25

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0.01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

X – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

12.2 В том случае, если массовая концентрация бензола и толуола в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы их массовая концентрация соответствовала регламентированному диапазону.

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta'$, P=0,95,
где $\pm \Delta'$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | X' - X - С_д |$$

где X' – результат анализа массовой концентрации бензола и толуола в пробе с известной добавкой.

X – результат анализа массовой концентрации бензола и толуола в исходной пробе.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X'_{ср}}^2 + \Delta_{л,X_{ср}}^2},$$

где $\Delta_{л,X'_{ср}}$, $\Delta_{л,X_{ср}}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации бензола и толуола в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (1)$$

При невыполнении условия (1) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C |$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации бензола и толуола в образце для контроля;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224	Факс: (3432) 502-117 Телефон: (3432) 502-295 E-mail: paneva@uniim.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-117 Phone: (3432) 502-295 E-mail: paneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.11.014 / 2004
CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовых концентраций бензола и толуола в пробах природных и очищенных сточных вод методом газожидкостной хроматографии,*
разработанная *ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (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, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
Бензол			
от0.0125 до0.05вкл.	27	9	13
св. 0.05 до 0.25 вкл.	20	6	9
св. 0.25 до 0.75 вкл	18	5	8
Толуол			
от0.0125 до0.05вкл.	27	9	13
св. 0.05 до 0.25 вкл.	21	7	10
св. 0.25 до 0.75 вкл	20	6	9

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

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Бензол	
от0.0125 до0.05вкл.	36
св. 0.05 до 0.25 вкл.	25
св. 0.25 до 0.75 вкл	22
Толуол	
от 0.0125 до0.05вкл	36
св. 0.05 до 0.25 вкл.	28
св. 0.25 до 0.75 вкл	25

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.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004 г.

Зам. директора по научной работе И.Е.Добровинский

gost.e-ecolog.ru