МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А. Соловьянов
" марта 1997г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ КОЛОНОЧНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ ОКОНЧАНИЕМ.

ПНД Ф 14.1:2.116—97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1997г.
(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.

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 + ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.11.039/2004 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004 г.)***

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений содержаний нефтепродуктов в природных и сточных водах методом колоночной хроматографии с гравиметрическим окончанием при массовых концентрациях нефтепродуктов от 0,30 до 50,0 мг/дм^3.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ других классов, устраняются в ходе анализа (п.9).

[Ф]Допускается использование данной методики при аварийных ситуациях для определения массовых концентраций нефтепродуктов свыше 50 мг/дм^3[Ф].

1. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения массовой концентрации нефтепродуктов основан на извлечении нефтепродуктов из анализируемых вод органическим растворителем, отделении от полярных соединений других классов колоночной хроматографией на оксиде алюминия и количественном определении гравиметрическим методом.

2. 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 воспроизводимости), σ_R, %
Природные воды			
от 0,3 до 0,9 вкл.	28	10	14
св. 0.9	25	9	12
Сточные воды			
от 0,3 до 0,5 вкл	35	12	17
св. 0,5 до 50 вкл.	25	9	12
св. 50	10	4	5

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.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ. МАТЕРИАЛЫ. РЕАКТИВЫ

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

ПНД Ф 14.1:2.116-97 ©Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование

Весы лабораторные, 2 класса точности, ГОСТ 24104

Вентилятор комнатный типа ВН10-УЧ, ГОСТ 7402

Термометр КШ-14/23, ТУ 25-2021.007-88

3.2. Посуда

Колбы конические К-250-ТХС, ГОСТ 25336

Холодильник ХПТ или ХШ, ГОСТ 25336

Колба КН-500 (Эрленмейера), ГОСТ 25336

Воронка ВД-3-1000;

ВД-3-2000 ХС, ГОСТ 25336

Цилиндр 1-1000, ГОСТ 1770

Мензурка 100, ГОСТ 1770

Стаканчики для взвешивания (бюксы), ГОСТ 25336

Стакан НН-50; 100, ГОСТ 19908

Колбы 2-25-2, ГОСТ 1770

Пипетки мерные с делениями 0,1 $см^3$ 4(5)-2-1(2);
6(7)-1-5(10);
3-1-50 **ГОСТ 29227**[Ф]

Колонка с оксидом алюминия

Бутыли из стекла с притертыми пробками вместимостью 2000-3000 $см^3$ для отбора и хранения проб

3.3. Реактивы, материалы

Гексан, ТУ 6-09-3375

Углерод четыреххлористый, ГОСТ 20288

Хлороформ, ТУ 6-09-800

Алюминии оксид, ТУ 6-09-3916

Натрий сернокислый, ГОСТ 4166

Кислота соляная, ГОСТ 3118

Кислота серная, ГОСТ 4204

Бумага индикаторная универсальная, **ТУ 6-09-1181** [Ф]

ПНД Ф 14.1:2.116-97 [Ф]Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и сточных вод соблюдают следующие требования безопасности:

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

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по 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

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой гравиметрического метода анализа.

6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;
атмосферное давление (84-106) кПа (630-800 мм.рт.ст);
относительная влажность (80±5) %;
частота переменного тока (50±1) Гц;
напряжение в сети (220±10) В.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

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

ПНД Ф 14.1:2.116-97 [@]Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

7.1. Пробы воды для параллельных определений отбирают в отдельные стеклянные емкости с притертыми пробками. Пробу для одного определения используют полностью. Если определение нефтепродуктов в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2-4 $см^3$ экстрагента (четыреххлористый углерод, хлороформ) на 1 $дм^3$ воды. Законсервированные пробы могут храниться в течение двух недель.

При определении нефтепродуктов методом колоночной хроматографии с гравиметрическим окончанием объем пробы (при концентрации нефтепродуктов 0,3-3,0 $мг/дм^3$) должен составлять не менее 3 – 3,5 $дм^3$.

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

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

[@]8.1. Подготовка оксида алюминия II степени активности[@]

Реактив перед употреблением прокаливают в муфельной печи при 600°С в течение 4 часов, дают остыть в эксикаторе и добавляют 3 % (по массе) дистиллированной воды. Хранят в склянке с притертой пробкой.

[@] 8.2. Подготовка натрия сернокислого безводного [@]

Перед использованием реактив прокаливают в сушильном шкафу при температуре 105°С в течение 3 часов.

[@] *8.3. Подготовка колонки с оксидом алюминия* [@]

Колонка с оксидом алюминия представляет собой стеклянную трубку длиной 10 см и диаметром 0,7-1,0 см с оттянутым нижним концом до диаметра 0,1 см. В трубку помещают стеклянную вату слоем 0,5 см, затем 6 г оксида алюминия и снова стеклянную вату. В качестве колонки можно использовать обычную пипетку, градуированную на 10 см^3. Оксид алюминия в колонке меняют после каждой пробы. Использованный оксид алюминия можно регенерировать промыванием его четыреххлористым углеродом или хлороформом, испарением растворителя и последующим его прокаливанием.

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ других классов, устраняются в ходе анализа: одни остаются нерастворимыми в гексане, другие (фенолы, нафтеновые кислоты) сорбируются оксидом алюминия.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Определение при концентрации нефтепродуктов 0,3-3,0 мг/дм^3

При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и сточных вод выполняют следующие операции:

3-3,5 дм^3 исследуемой пробы воды подкисляют соляной кислотой (плотн. 1,19 г/см^3) до pH< 5. Затем приливают 150 см^3 хлороформа или четыреххлористого углерода, погружают мешалку так, чтобы лопасти её были в воде на 50 мм выше границы слоев воды и растворителя и перемешивают в течение 10 мин.

Затем переносят большую часть водного слоя в другой сосуд такой же вместимости, а оставшийся водный слой и слой хлороформа помещают в делительную воронку вместимостью 500-700 см^3.

Через 15 минут сливают нижний слой хлороформа в коническую колбу (Эрленмейера) вместимостью 500 $см^3$, стараясь не захватить при этом ни воды, ни промежуточного слоя эмульсии.

Переливают водный раствор из второго сосуда снова в первый, туда же переносят оставшийся в делительной воронке водный слой с эмульсией, добавляют вторую порцию хлороформа 150 $см^3$ и снова перемешивают мешалкой в течение 5-7 мин. Снова сливают большую часть водного слоя, остаток переносят в ту же делительную воронку.

Через 15 мин отделяют второй экстракт и присоединяют его к первому, не захватывая при этом водного слоя. Затем небольшим количеством хлороформа (около 50 $см^3$) обмывают стенки сосуда, в котором проба находилась до экстракции, переносят в ту же делительную воронку, взбалтывают, дают некоторое время отстояться и присоединяют слой хлороформа к первым двум экстрактам.

В проведении третьей экстракции обычно нет необходимости.

Экстракцию хлороформом можно также проводить следующим способом: в делительную воронку вместимостью 1-2 $дм^3$ помещают 3 раза по 1 $дм^3$ исследуемой воды и последовательно взбалтывают с двумя порциями по 20 $см^3$ хлороформа. Таким образом, на экстракцию из 3 $дм^3$ анализируемой пробы будет израсходовано 120 $см^3$ хлороформа. Экстракты соединяют, прибавляют к ним 50 $см^3$ хлороформного раствора, полученного при ополаскивании сосуда, где хранилась проба (*).

(*) Склянку, в которой находилась проба, ополаскивают растворителем, который используется для экстракции.

Колбу с экстрактом присоединяют к холодильнику, помещают её в кипящую водяную баню или ставят на горячую закрытую плитку и отгоняют хлороформ до тех пор, пока в колбе не останется 10-20 $см^3$ раствора. Дают колбе остыть и разбирают прибор.

ПНД Ф 14.1:2.116-97 ***[0]Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.***

Остатки хлороформа удаляют при комнатной температуре. Предварительно взвешенный бюкс (с крышкой) помещают в вытяжном шкафу на расстоянии 25-35 см от обычного комнатного вентилятора, снимают крышку, заполняют бюкс на три четверти полученным экстрактом, включают вентилятор; по мере испарения экстракт подливают в бюкс, пока не перенесут полностью. Колбу из-под экстракта обмывают небольшой порцией хлороформа и переносят в тот же бюкс.

Когда в бюксе останется менее 0,5 $см^3$ хлороформного раствора, выключают вентилятор и продолжают испарение на воздухе, взвешивая бюкс каждые 2 мин. Перед взвешиванием его закрывают крышкой и вновь снимают крышку для дальнейшего испарения. Когда масса перестанет изменяться, испарение заканчивают.

Разность между массой бюкса с остатком после удаления хлороформа и массой пустого бюкса показывает общее содержание экстрагируемых хлороформом веществ.

Остаток после отгонки хлороформа растворяют в 1-2 $см^3$ предварительно высушенного сульфатом натрия н-гексана или петролейного эфира. Полученный раствор вместе с частицами нерастворившегося остатка, если такие окажутся, переносят в колонку с оксидом алюминия, под которую подставляют чистую сухую колбу. Бюкс несколько раз обмывают маленькими порциями н-гексана, переносят каждую порцию в колонку с оксидом алюминия. Колонку промывают еще несколькими порциями н-гексана (всего 40-45 $см^3$), собирая их в ту же колбу. Не следует при этом допускать, чтобы уровень н-гексана в колонке опускался ниже верхней границы слоя оксида алюминия.

Из полученного раствора нефтепродуктов в н-гексане, свободном от полярных соединений, удаляют н-гексан, испаряя его из бюкса при комнатной температуре вентилятором так же, как удаляли раньше хлороформ. Разность между массой бюкса с остатком после удаления н-гексана и массой пустого бюкса показывает содержание нефтепродуктов во взятом для исследования объеме пробы.

ПНД Ф 14.1:2.116-97 ***©Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 12 заседания НТК ГУАК Госкомэкологии России от 07.10.98 г. и протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.***

10.2. Определение нефтепродуктов в концентрациях выше 3,0 мг/дм^3

Определение проводят так же, как описано в п.10.1, но только с меньшим объемом исследуемой воды. Берут для анализа 100-1000 см^3 воды, соответственно взятому объему воды уменьшают и количество применяемого для экстракции растворителя.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание массовой концентрации нефтепродуктов X (мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{V},$$

где m_1, - масса бюкса с остатком после удаления гексана, мг;

m_2 - масса пустого бюкса, мг;

V - объем пробы, взятой для анализа, см^3.

За результат анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя параллельными результатами измерений), r, %
Природные воды	
от 0,3 до 0,9 вкл.	28
св. 0,9	25
Сточные воды	
от 0,3 до 0,5 вкл	34
св. 0.5 до 50 вкл.	25
св. 50	11

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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 3.

Таблица 3

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, %
Природные воды	
от 0,3 до 0,9 вкл.	39
св. 0,9	34
Сточные воды	
от 0,3 до 0,5 вкл	48
св. 0,5 до 50 вкл.	34
св. 50	14

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ – 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.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

– способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

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 повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются образцы, полученные путем внесения таблетки ГСО 7117 (или аналогичного ему по метрологическим характеристикам) состава нефтепродуктов в дистиллированную воду. Приготовление образца и расчет значения содержания нефтепродуктов в образце производится в точном соответствии с Приложением 2 к свидетельству о метрологической аттестации ГСО 7117. Подготовленный образец анализируют в точном соответствии с настоящей методикой. 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 нефтепродуктов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

С – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля *К* рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_л,$$

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:

$$К_к \leq К \qquad (2)$$

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 № 224.01.11.039 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и сточных вод методом колоночной хроматографии с гравиметрическим окончанием,*
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, %
Природные воды			
от 0.3 до 0.9 вкл.	28	10	14
св. 0.9	25	9	12
Сточные воды			
от 0.3 до 0.5 вкл.	35	12	17
св. 0.5 до 50 вкл.	25	9	12
св. 50	10	4	5

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, %
Природные воды		
от 0.3 до 0.9 вкл.	28	39
св. 0.9	25	34
Сточные воды		
от 0.3 до 0.5 вкл.	34	48
св. 0.5 до 50 вкл.	25	34
св. 50	11	14

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.Б.Добровинский

gost.e-ecolog.ru