ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

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



_____ К.А. Сапрыкин

_____ 2008 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ И ДИЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 14.1:2.250-08

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

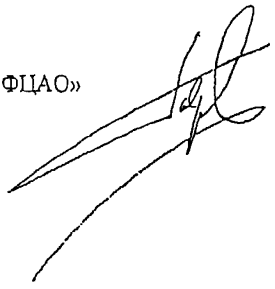
МОСКВА 2008 г.
(издание 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО» М.Ю.Гавриков



Разработчик:
ФГУП «Научно-исследовательский институт синтетического волокна»
Адрес: 170032, г. Тверь, Московское шоссе, 157
Телефон: (4822) 53 23 71
Факс: (4822) 34 30 85.

Методика предназначена для определения массовых концентраций этиленгликоля (ЭГ) и диэтиленгликоля (ДЭГ) в природных и сточных водах методом газовой хроматографии.

Определению ЭГ и ДЭГ в сточных водах не мешает присутствие нитрила акриловой кислоты, метилового эфира акриловой кислоты, ацетальдегида, капролактама, диметилацетамида, диметилформамида, диметилсульфоксида.

Диапазон измерений от 0,1 до 500 мг/дм^3 .

При содержании ЭГ и ДЭГ менее 5 мг/дм^3 требуется предварительное концентрирование пробы. При содержании ЭГ и ДЭГ более 50 мг/дм^3 необходимо предварительное разбавление пробы.

Предельно допустимая концентрация ЭГ в природных водах - 0,25мг/дм^3

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 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 точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ,%
От 0.1 до 0.5 вкл.	10	15	30
Св. 0.5 до 50 вкл.	7	10	20
Св. 50 до 500 вкл.	3	5	10

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в лаборатории.

2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1 Средства измерений

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (ДИП) и капиллярной колонкой, например, "Кристалл 2000 М".

Колонка капиллярная длиной 30 м с внутренним диаметром 0,25 мм, толщино плёнки неподвижной фазы 0,25 мкм. Неподвижная фаза – ПЭГ 20М (ZBWAX).
Система обработки хроматографической информации: программное обеспечение «Хроматэк Аналитик».
Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, например, ВЛР-200.
Гири по ГОСТ 7328-2001, например, набор гирь Г 2-210.
Микрошприц МШ-10 по ТУ 2.833.106, вместимостью 10 мм^3, погрешность 1%.
Колба мерная 2-50-2 по ГОСТ 1770 - 74.
Колба мерная 2-100-2 по ГОСТ 1770 -74
Колба мерная 2-500-2 по ГОСТ 1770-74.
Колба мерная 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-10 по ГОСТ 29227-91
Микродозаторы с переменным объёмом 5 – 50 мм^3, 50 – 200 мм^3, 200– 1000 мм^3 1-5 см^3 и пределом допускаемой погрешности измерения не более ± 5 %.
Цилиндр 2-10 по ГОСТ 1770-74.
Цилиндр 1-250 по ГОСТ 1770-74.

2.2 Вспомогательное оборудование

Испаритель ротационный ИР 1М2 по ТУ 25-1173.102-84.
Насос водоструйный по ГОСТ 25336-82.
Пенициллиновая склянка по ТУ 64-2-10-68.

2.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
Стандартный образец состава раствора этиленгликоля 1 г/дм^3 (аттестованный раствор №14-96 изг «ЭКО Аналитика»
Диэтиленгликоль марка А, по ГОСТ 10136-77
Силанизированное стекловолокно или стекловата по ГОСТ 10727-74
Фильтр бумажный, белая лента по ТУ 6-09-1678-95
Газ-носитель – азот из баллона по ГОСТ 9293-74.
Водород технический по ГОСТ 3022-80, марка Б.
Сжатый воздух для питания детектора по ГОСТ 17433-80, класс загрязнения 0,3,5.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, реактивы и материалы, имеющие технические и метрологические характеристики, не уступающие указанным в настоящей методике.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Для измерения массовых концентраций ЭГ и ДЭГ в пробах воды используют метод газовой хроматографии с детектированием по ионизации в пламени.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности:

4.1. Безопасность работ с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4.3 Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

4.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.5 При эксплуатации баллонов и установок со сжатыми газами требуется соблюдать "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" ПБ 10-115-96, утвержденные постановлением Госгортехнадзора России от 18.04.95 № 20.

4.6 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, изучивших методику выполнения измерений и владеющих техникой работы на используемых при этом средствах измерений и оборудовании.

6 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±5) °С.
- относительная влажность не более 85 % при t = 25 °С.
- атмосферное давление (84 – 106) кПа.
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.
- напряжение в сети (220 ± 22) В.
- содержание агрессивных веществ в воздухе рабочего помещения не должно превышать санитарные нормы.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Отбор и хранение проб воды

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб". Пробы отбираются в стеклянную посуду с притертой стеклянной или тефлоновой пробкой. Объем пробы не менее 1000 $см^3$. Отобранные пробы воды сохраняются в холодильнике не более суток.

7.2 Подготовка хроматографа

Хроматограф готовят к работе согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

7.3 Градуировка хроматографа

7.3.1. Приготовление исходного раствора ДЭГ с массовой концентрацией 500 мг/дм^3.

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с небольшим количеством воды помещают микродозатором 0,025 г (22 – 25 $мм^3$) ДЭГ. Колбу вновь взвешивают. Все взвешивания проводят с точностью до четвёртого десятичного знака. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массу навески ДЭГ рассчитывают по разности двух взвешиваний.

7.3.2 Приготовление градуировочных растворов для определения ЭГ и ДЭГ с предварительным концентрированием.

Для градуировки прибора готовят градуировочные растворы, для чего аликвоты стандартного образца состава раствора этиленгликоля концентрацией 1 г/дм ^{3} и исходного раствора ДЭГ по п.7.3.1. помещают микродозаторами или градуированными пипетками в мерные колбы вместимостью 1000 и 500 $см^3$ согласно табл. 2. Доводят объём раствора в мерной колбе до метки и перемешивают.

Таблица 2 Приготовление градуировочных растворов для определения ЭГ и ДЭГ с концентрированием

Номер градуировочного раствора	Объём стандартного образца состава раствора ЭГ концентрацией 1г/дм ^{3}, $мм^3$	Объём исходного раствора ДЭГ концентрацией 500мг/дм ^{3}, $мм^3$	Общий объём градуировочного раствора, $см^3$	Массовая концентрация ДЭГ, мг/дм^3	Массовая концентрация ЭГ, мг/дм^3
1	100	200	1000	0,100	0,100
2	250	500	1000	0,250	0,250
3	250	500	500	0,500	0,500
4	500	1000	500	1,00	1,00
5	1250	2500	500	2,50	2,50
6	2500	5000	500	5,00	5,00

7.3.2.1. Концентрирование

Градуировка и хроматографическое определение ЭГ и ДЭГ при содержании в пробе менее 5 мг/дм^3 проводятся после концентрирования раствора путём упаривания его на ротационном испарителе. С этой целью 250 см^3 каждого раствора, взятого с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см^3, помещают в колбу ротационного испарителя вместимостью 500 см^3. Колбу присоединяют к испарителю, включают водоструйный насос и проводят упаривание пробы примерно до объёма 2 – 3 см^3, подогревая колбу на водяной бане. Температура водяной бани (55 ÷ 60) °С. Затем остаток пробы переносят в мерный цилиндр вместимостью 10 см^3, ополаскивают колбу испарителя небольшими порциями (0,5 – 1 см^3) дистиллированной воды, присоединяя промывные воды к остатку пробы. Доводят объём раствора в цилиндре до 5 см^3 дистиллированной водой после охлаждения раствора до комнатной температуры. Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр и дозируют в хроматограф.

7.3.3. Приготовление градуировочных растворов для определения ЭГ и ДЭГ без концентрирования.

Для градуировки прибора готовят градуировочные растворы, для чего аликвоты стандартного образца состава раствора этиленгликоля концентрацией 1 г/дм ^{3} и исходного раствора ДЭГ по п.7.3.1. помещают микродозаторами или градуированными пипетками в мерные колбы вместимостью 100 и 50 см^3 согласно табл. 3. Доводят объём раствора в мерной колбе до метки и перемешивают. Полученный раствор дозируют в хроматограф.

Таблица 3 Приготовление градуировочных растворов для определения ЭГ и ДЭГ без концентрирования

Номер градуировочного раствора	Объём стандартного образца состава раствора ЭГ концентрацией 1 г/дм ^{3}, см^3	Объём исходного раствора ДЭГ концентрацией 500 мг/дм ^{3}, см^3	Общий объём градуировочного раствора, см^3	Массовая концентрация ДЭГ, мг/дм^3	Массовая концентрация ЭГ, мг/дм^3
1	0,5	1	100	5,0	5,0
2	0,5	1	50	10,0	10,0
3	2,5	5	100	25,0	25,0
4	2,5	5	50	50,0	50,0

7.3.4. Построение градуировочных графиков.

Градуировка состоит в построении градуировочного графика зависимости площади пика компонента от его массовой концентрации в градуировоч-

ном растворе. С этой целью 1 мм^3 каждого градуировочного раствора, подготовленного по 7.3.2 или по 7.3.3, вводят в хроматограф и записывают хроматограммы при следующих условиях:

Температура, °С: колонки (программирование):

изотерма 1	140°С (9 мин)
скорость подъема температуры	20°С/мин
изотерма 2	170°С
испарителя	200°С
детектора	200°С

Расход:

азота:	
газ 1, см^3/ мин	30
газ 2, см^3/мин	26,4
деление потока 1:20,0	
водорода, см^3/мин	20
воздуха, см^3/мин	200
Объём анализируемой пробы, мм^3	1

Ориентировочное время удерживания, с:

этиленгликоля	400
диэтиленгликоля	780

Снимают пять хроматограмм для каждого градуировочного раствора.

При обработке хроматограмм с помощью программного обеспечения «Хроматэк Аналитик» площади пиков рассчитываются автоматически. При ручной обработке хроматограмм измеряют площадь пика, как произведение высоты пика на его ширину на половине высоты. Высоту пика измеряют линейкой с точностью до 0,1 см, ширину - измерительной лупой с точностью до 0,01 см.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее значение площади пика.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию компонента в миллиграммах на кубический дециметр, по оси ординат - соответствующее ей значение площади пика в квадратных сантиметрах. При компьютерной обработке данных градуировочного графика методом наименьших квадратов рассчитывают угловой коэффициент b' уравнения вида

$$y = b'x.$$

Градуировочный график проверяют один раз в смену или перед началом работы, а также после смены узлов хроматографа. Для этого в хроматограф вводят градуировочный раствор с минимальной концентрацией компонентов, подготов-

ленный по 7.3.2 или по 7.3.3, выполняют измерения в точном соответствии с прописью методики.

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

$$X - C \leq K_{гр(л)},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации определяемого компонента в образце для градуировки;

$K_{гр(л)}$ - погрешность градуировочной характеристики, установленная при реализации методики в лаборатории.

При невыполнении этого условия устанавливают новый градуировочный график.

Режим работы при проведении градуировки прибора и анализах должен быть одинаковым.

7.4 Подготовка пробы

7.4.1.Концентрирование пробы.

При концентрации определяемого вещества в пробе ниже 5 мг/дм ^{3} проба концентрируется с помощью ротационного испарителя по 7.3.2.1.

7.4.2. Разбавление пробы.

При концентрации определяемого вещества в пробе выше 50 мг/дм ^{3} проводят разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе соответствовала диапазону измеряемых концентраций. С этой целью аликвоту сточной воды помещают в мерную колбу и доводят дистиллированной водой до метки. Однократное разбавление не должно превышать 200 раз.

8 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

1 мм^3 пробы, подготовленной по 7.4.1 или 7.4.2, вводят в хроматограф микрошприцем через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму пробы в условиях 7.3.4.

9 ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию определяемого компонента в пробе рассчитывают с помощью программы "Хроматэк Аналитик" для системы MS Windows версии 3.1 или выше, которая формирует отчёт с указанием концентраций анализируемых компонентов, выраженных в миллиграммах на кубический дециметр.

При ручной обработке данных вычисляют площадь пика компонента и по полученному значению площади пика по градуировочному графику находя массовую концентрацию ($X_к$) компонента в анализируемой пробе в милли граммах на кубический дециметр. Если при проведении анализа проводилос предварительное разбавление пробы, при вычислении результата анализа необ ходимо учесть кратность разбавления.

Результат измерения в поддиапазоне от 0,10 до 0,50 округляют до второг десятичного знака. Результат измерения в поддиапазоне свыше 0,5 до 5 округ ляют до одного десятичного знака. Результат измерения в поддиапазоне свыш 5 до 500 округляют до целого числа.

При промежуточных вычислениях результаты параллельных определе ний допускается вычислять с количеством десятичных знаков на единиц больше, чем в окончательном результате измерения.

За результат измерения массовой концентрации определяемого компо нента принимают среднее арифметическое значение двух результатов парал лельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости r для двух результа тов параллельных определений приведены в таблице 4.

При превышении предела повторяемости r необходимо дополнительно получить еще один результат. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) трех результатов параллельных определений равен или меньше значения критического диапазона $CR_{0,95}$ (3), то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений. Значение критического диапазона $CR_{0,95}$ (3) для трех результатов параллельных определений приведены в таблице 4.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше значения критического диапазона $CR_{0,95}$ (3), то в качестве результата может быть принята медиана трех результатов определений. Кроме того, целесообразно выяснить причины появления неприемлемых результатов параллельных определений.

Таблица 4 Диапазон измерений, значения предела повторяемости и критического диапазона при доверительной вероятности P= 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r,%	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения между тремя результатами параллельных определений) $CR_{0,95}$,%
От 0.1 до 0.5 вкл.	28	33
Св. 0.5 до 50 вкл.	20	23
Св. 50 до 500 вкл.	8	10

Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать предела воспроизводимости. При выполнении

этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

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

Таблица 5 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (отноительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R,%
От 0.1 до 0.5 вкл.	42
Св. 0.5 до 50 вкл.	28
Св. 50 до 500 вкл.	14

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения ($\bar{X}$) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, P=0,95$$

где Δ – показатель точности методики. $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$ Значения δ приведены в таблице 1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$\bar{X} \pm \Delta_л$, $P=0,95$ при условии $\Delta_л \leq \Delta$, где

$\bar{X}$ - результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

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

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

11 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- 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).

11.1 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля $К_д$.

11.1.1 Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | \bar{X}' - \bar{X} - С |, \text{ где}$$

$\bar{X}'$ – результат контрольного измерения массовой концентрации этиленгликоля (диэтиленгликоля) в пробе с известной добавкой - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значение r приведено в таблице 4;

$\bar{X}$ – результат контрольного измерения массовой концентрации этиленгликоля (диэтиленгликоля) в рабочей пробе - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значение r приведено в таблице 4;

С – величина добавки.

11.1.2. Норматив контроля $К_д$ рассчитывают по формуле

$$К_д = \sqrt{(\Delta_л \bar{X}')^2 + (\Delta_л \bar{X})^2},$$

где $\Delta_л \bar{X}'$, $\Delta_л \bar{X}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации этиленгликоля (диэтиленгликоля) в пробе с добавкой и в рабочей пробе, соответственно.

$\Delta_л \bar{X} = 0.01\ \delta_л \bar{X}\ \bar{X}$ ($\bar{X}$ - массовая концентрация этиленгликоля, диэтиленгликоля в пробе);

$\Delta_л \bar{X}' = 0.01\ \delta_л \bar{X}'\ \bar{X}'$ ($\bar{X}'$- массовая концентрация этиленгликоля, диэтиленгликоля в пробе с добавкой).

Значения $\delta_л \bar{X}$ ($\delta_л \bar{X}'$) установлены в лаборатории.

11.1.3 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$К_к \le К_д$$

При невыполнении этого условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

11.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля К.

11.2.1 Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | \bar{X} - C |,$$

где $\bar{X}$ – результат контрольного измерения массовой концентрации этиленгликоля (диэтиленгликоля) в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значение r приведено в таблице 4;

С – аттестованное значение образца для контроля.

11.2.2 Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля, $\Delta_л = 0.01\ \delta_л\ C$.

Значения $\delta_л$ установлены в лаборатории.

11.2.3 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$K_к \leq K$$

При невыполнении этого условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

000227

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Ростандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0168/01.00258/2011

Методика измерений массовых концентраций этиленгликоля и диэтиленгликоля в
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
природных и сточных водах методом газовой хроматографии,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава
область использования
природных и сточных вод,

разработанная ФГУП "ВНИИСВ", 170032, г.Тверь, Московское шоссе, 157.
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2.250-08 "Методика измерений массовых концентраций
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод), год утверждения, число страниц
этиленгликоля и диэтиленгликоля в природных и сточных водах методом газовой

хроматографии", издание 2011 г., на 12 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод)
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе С.В.Медведевских

Зав. лабораторией О.В. Кочергина

Дата выдачи 30.05.2011 г.

Рекомендуемый срок пересмотра
методики (метода) измерений: 30.05.2016 .

М.П.

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

МЕТРОН

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0168 /01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номер

методики измерений массовых концентраций этиленгликоля и диэтиленгликоля в природных и сточных водах методом газовой хроматографии
на 1 листе

Показатели точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, наименования определяемых веществ, показатели точности измерений.

Диапазоны измерений, мг/дм^3	Показатели прецизионности (относительные значения), %				Показатель точности (границы относительной погрешности при P = 0, 95), ± δ[1], %
	стандартное отклонение повторяемости, σ_r	стандартное отклонение воспроизводимости[1], σ_R	предел повторяемости (при n[3] =2 и P =0,95), r	предел воспроизводимости[2] (при m[4]=2 и P =0,95), R	
Этиленгликоль и диэтиленгликоль					
От 0,1 до 0,5 включ.	10	15	28	42	30
Св. 0,5 до 50 включ.	7	10	20	28	20
Св. 50 до 500 включ.	3	5	8	14	10

Зав. лабораторией 222 О.В. Кочергина

Дата выдачи: 30.05.2011г.

---

[1] Соответствует расширенной относительной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2.
[2] Результаты измерений на идентичных пробах природных и сточных вод, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости (R) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в 5 лабораториях, при разработке данной методики.
[3] n – количество параллельных определений.
[4] m – количество результатов измерений для двух лабораторий.

gost.e-ecolog.ru