ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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

_____ **С.А. Хахалин**

_____ октября _____ **2011 г.**

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.57-96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1996 г.
(издание 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику:

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н.  В.С. Талисманов

Разработчик:

Аналитический центр ЗАО «РОСА»
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7. стр. 35
Телефон: (495) 439 52 13
Факс: (495) 439 13 00

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовых концентраций ароматических углеводородов (бензола и его производных) в питьевых, природных и сточных водах в диапазоне для бензола и толуола от 0,005 до 0,5 мг/дм^3, для о-, м-, п-ксилолов - от 0,0025 до 0,05 мг/дм^3, этилбензола от 0,0025 до 0,01 мг/дм^3, стирола от 0,005 до 1 мг/дм^3.

Блок-схема проведения анализа приведена в Приложении 1.

1. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Т а б л и ц а 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости, правильности и повторяемости методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (стандартное отклонение повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости, (стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R,%	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при P=0,95), $\pm \delta_C$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), $\pm \delta$, %
Бензол от 0,005 до 0,5 вкл.	15	22	16	46
Толуол от 0,005 до 0,5 вкл.	17	24	14	49
Этилбензол от 0,0025 до 0,01 вкл.	16	23	22	50
о-Ксилол от 0,0025 до 0,05 вкл.	16	23	13	47
м-Ксилол от 0,0025 до 0,05 вкл	15	22	12	45
п-Ксилол от 0,0025 до 0,05 вкл.	15	22	10	44
Стирол от 0,005 до 1 вкл.	17	24	11	48

Если массовая концентрация определяемого вещества в пробе превышает 0,1 мг/дм^3, требуется разбавление (п. 9.2).

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

2.1. Средства измерений

2.1.1. Хроматограф газовый, например, «Trace GC» фирмы «ThermoFinnigan» или «Agilent 7890A/HS» фирмы «Agilent Technologies» в комплекте:

- Детектор пламенно-ионизационный.
- Устройство для автоматического термостатирования, отбора и ввода проб (автосэмплер) для анализа равновесного пара (Head-Space), например, HS 2000 фирмы «ThermoQuest» (с шприцевым вводом пробы) или Agilent G 1888 фирмы «Agilent Technologies» (с вводом пробы с помощью петли).
- Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая с фазой β-циклодекстрин, например, CP-Chirasil-DEX CB фирмы «Varian» длиной 25 м, диаметром 0,32 мм, толщиной пленки 0,25 мкм или DB-FFAP длиной 25 м, диаметром 0,32 мм, толщиной пленки 0,25 мкм.

Примечание: *Допускается использовать колонку с другой неподвижной фазой и другими размерами.*

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

2.1.2. Весы лабораторные с максимальной нагрузкой 200 г 2 класса точности по ГОСТ Р 53228.

2.1.3. Колбы мерные с притертыми пробками вместимостью 10 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

2.1.4. Микрошприцы вместимостью 0,01, 0,025, 0,05, 0,1, 0,5 и 1,0 $см^3$, например, фирмы «Hamilton».

2.1.5. Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10, 15 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29227.

2.1.6. Стандартные образцы бензола, толуола, этилбензола, о-ксилола, м-ксилола, п-ксилола, стирола (ГСО) в виде чистых веществ с содержанием основного вещества не менее 98 % или в виде растворов в метаноле с относительной погрешностью аттестованного значения не более 4 %.

Примечание: *Допускается использовать вещества гарантированной чистоты импортного производства, например, фирм «ChemService», «Supelco».*

Допускается использовать другие средства измерения, метрологические характеристики которых не хуже, чем у вышеуказанных.

2.2. Вспомогательные устройства

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

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

2.2.3. Принтер любой модели.

2.2.4. Устройство для обжима алюминиевых колпачков диаметром 20 мм на горлышке флакона (например, фирмы «Alltech»).

2.2.5. Флаконы герметично закрывающиеся вместимостью 20 $см^3$ в комплекте с алюминиевыми колпачками и резиновыми прокладками с тефлоновым покрытием.

2.2.6. Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру 2–10 °С.

2.3. Материалы

2.3.1. Азот сжатый по ГОСТ 9293 (или гелий сжатый по ТУ 51-940).

2.3.2. Водород сжатый по ГОСТ 3022.

2.3.3. Воздух сжатый по ТУ 6-21.

2.4. Реактивы

2.4.1. Метанол квалификации «для спектроскопии», например, фирмы «MERCK» или любого другого производителя.

2.4.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деионизированная (по ГОСТ Р 52501 2 степени чистоты).

Примечание: *Допускается использовать для разбавления проб и приготовления градуировочных растворов воду питьевую (расфасованную в емкости) из подземных источников, например, «Evian» (Франция).*

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения массовой концентрации бензола и его производных выполняют путем анализа равновесной паровой фазы ("Head Space") пробы воды методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

4.1. При выполнении измерений 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 Р 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится 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

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 ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

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

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

7.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593 в стеклянные флаконы, герметично закрывающиеся крышкой с тефлоновой прокладкой, заполняя их до пробки. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 50 $см^3$.

7.2. Отобранную пробу анализируют в течение суток. Если такой возможности нет, то пробу хранят в холодильнике при температуре 2–10°С не более 3-х суток.

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

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

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка аппаратуры

Подготовку хроматографа и компьютера к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. На компьютере в программе управления создают метод анализа с использованием абсолютной градуировки согласно руководству по эксплуатации программного обеспечения. В качестве газа-носителя используют азот (или гелий).

Рекомендуемые параметры хроматографического анализа для газового хроматографа «Trace GC»

Температура детектора	220 °С
Температура испарителя	120 °С
Температура термостата колонок	
начальная	40 °С
конечная	90 °С
Скорость подъема температуры	4 °/мин
Термостатирование при начальной температуре	6 мин
Термостатирование при конечной температуре	1 мин
Расходы газов	
газа-носителя	2 $см^3$/мин
водорода	30 $см^3$/мин
воздуха	300 $см^3$/мин
Скорость поддувочного газа (азота) (Make-up)	30 $см^3$/мин
Деление потока в инжекторе	2:5
Объем равновесной паровой фазы	1,0 $см^3$.

Рекомендуемые параметры хроматографического анализа для газового хроматографа «Agilent»

Температура детектора	300 °С
Температура испарителя	200 °С
Температура термостата колонок	
начальная	40 °С
конечная	90 °С
Скорость подъема температуры	4 °/мин
Термостатирование при начальной температуре	6 мин
Термостатирование при конечной температуре	1 мин

Расходы газов	
газа-носителя	2 $см^3$/мин
водорода	30 $см^3$/мин
воздуха	300 $см^3$/мин
Скорость поддувочного газа (гелия) (Make-up) –	28 $см^3$/мин
Деление потока в инжекторе	2:24

Рекомендуемые параметры автосэмплера HS 2000

Время термостатирования пробы	30 мин
Температура шприца	90 °С
Температура термостата	90 °С

Рекомендуемые параметры автосэмплера Agilent G 1888

Время термостатирования пробы	20 минут
Заполняемая образцом петля	3 мл
Газ, создающий давление во флаконе	гелий
Продолжительность выдержки под давлением	0,40 мин
Продолжительность заполнения иглы	0,20 мин
Период уравновешивания в петле	0,10 мин
Продолжительность введения образца	1 мин
Температура термостата	90 °С
Температура клапана	105 °С
Температура переходного канала	115 °С

Примечание: *Допускается изменять условия хроматографирования в зависимости от номенклатуры определяемых ароматических углеводородов и используемой хроматографической колонки.*

8.2. *Подготовка хроматографической колонки*

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

8.3. Приготовление градуировочных растворов

8.3.1. Основные градуировочные растворы определяемых веществ в метаноле с массовой концентрацией 1 мг/$см^3$ готовят весовым методом из веществ гарантированной чистоты или используют в качестве основных растворов – стандартные образцы в виде растворов в метаноле.

Приготовленные основные растворы и вскрытые ампулы со стандартными образцами хранят не более 3 месяцев при температуре 2–10 °С.

8.3.2. Промежуточный градуировочный раствор с массовой концентрацией каждого из определяемых веществ 5 мг/дм^3 готовят разведением основных градуировочных растворов метанолом. Для этого в мерную колбу вместимостью 10 см^3, содержащую 3–5 см^3 метанола, микрошприцем последовательно вносят по 0,05 см^3 основного градуировочного раствора каждого из определяемых веществ и доводят объем раствора до метки метанолом.

Промежуточный градуировочный раствор хранят не более 3 месяцев в холодильнике при температуре 2-10 °С в герметично закрытой емкости. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 20 минут.

8.3.3. Градуировочные растворы. Для приготовления градуировочных растворов с массовыми концентрациями 0,0025-0,005-0,01-0,025-0,05-0,1 мг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 0,025-0,05-0,1-0,25-0,5-1,0 см^3 промежуточного градуировочного раствора (п. 8.3.2), доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

При установлении градуировочных характеристик о-ксилола, м-ксилола, п-ксилола и этилбензола используют результаты хроматографирования градуировочных растворов с массовыми концентрациями 0,0025-0,005-0,01-0,025-0,05 мг/дм^3.

При установлении градуировочных характеристик бензола, толуола и стирола используют результаты хроматографирования градуировочных растворов с массовыми концентрациями 0,005-0,01-0,025-0,05-0,1 мг/дм^3.

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Примечание: *Допускается использовать градуировочные растворы с другими массовыми концентрациями определяемых веществ с соответствующей корректировкой схемы приготовления градуировочных растворов.*

8.4. Установление градуировочных характеристик

В программе управления выбирают режим измерения факторов отклика по методу абсолютной градуировки. 10 см^3 или 15 см^3 градуировочного раствора с помощью пипетки помещают в стандартный флакон вместимостью 20 см^3, герметично укупоривают, устанавливают в карусель автосэмплера и проводят хроматографирование при условиях, указанных в п. 8.1.

Анализ каждого градуировочного раствора проводят дважды. Затем с помощью программного модуля градуировки управляющей программы для каждого определяемого вещества получают градуировочный график и

относительный градуировочный коэффициент А, который используют при вычислении результатов измерений. Коэффициент линейной корреляции должен быть не менее 0,98.

Градуировку хроматографа проводят 1 раз в 6 месяцев, а также при каждой смене хроматографической колонки или после ремонта оборудования, повлекшего за собой изменение условий хроматографирования.

Проверку стабильности работы хроматографа проводят в день измерения серии проб по результатам анализа одного из градуировочных растворов.

Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение массовой концентрации градуировочного раствора отличается от аттестованного значения массовой концентрации градуировочного раствора не более чем на 0,84 δ (значение показателя точности δ см. в табл. 1), а время удерживания определяемого вещества в градуировочном растворе отклоняется от установленного при градуировке времени удерживания не более чем на 20 с.

Примечание: *Допускается для контроля стабильности градуировочной характеристики использовать результаты хроматографирования 1–3 определяемых веществ одного из градуировочных растворов. При выборе перечня показателей, по которому предполагается проводить контроль, принимают во внимание следующие факторы: количество определяемых веществ, частота обнаружения в реальных пробах, времена удерживания (желательно начало, середина и конец хроматограммы).*

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного из градуировочных растворов, необходимо выполнить повторный анализ этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую погрешность.

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

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовых концентраций бензола и его производных осуществляют следующие операции.

9.1. Подготовка аппаратуры

Хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с условиями, указанными в п. 8.1. Компьютер устанавливают в режим измерения массовых концентраций для метода абсолютной градуировки с

использованием определенных при градуировке градуировочных коэффициентов.

9.2. Подготовка пробы и выполнение измерений

10 $см^3$ или 15 $см^3$ анализируемой пробы воды с помощью пипетки помещают в стандартный флакон вместимостью 20 $см^3$, герметично укупоривают и устанавливают в карусель автосэмплера. Хроматографирование проводят при условиях, указанных в п. 8.1. Определяемые вещества идентифицируют по абсолютным временам удерживания в соответствии с градуировочной характеристикой. Отклонение абсолютного времени удерживания определяемого вещества от установленного при градуировке не должно превышать 20 сек.

Для каждой пробы выполняют по два параллельных измерения и проводят оценку приемлемости по п.12.1.

В случае, когда массовая концентрация определяемого вещества в пробе выше, чем верхняя точка градуировочного графика, новую порцию пробы следует разбавить бидистиллированной водой и провести анализ повторно. При вычислении результатов измерений необходимо учесть степень разбавления.

Пример хроматограммы определяемых веществ приведен в Приложении 2.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработку результатов измерений массовых концентраций бензола и его производных выполняют с помощью управляющей программы в соответствии с градуировочными характеристиками по формуле:

$$X = \frac{S_x}{A}, \text{ мг/дм}^3,$$

где

X – массовая концентрация определяемого вещества в пробе, $мг/дм^3$;

$\mathbf{S_x}$ – площадь пика определяемого вещества, мВ*с;

A – градуировочный коэффициент для определяемого вещества, $мВ*с*дм^3/мг$ (см. п. 8.4).

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1. Результаты измерений в протоколах анализов представляют в виде:

$X \pm \Delta$, мг/дм^3, $P = 0,95$, где

$\Delta = \delta * 0,01 * X$,

δ - значение показателя точности (табл.1).

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

при концентрации от 0,0025 до 0,01 мг/дм^3 - - 0,0001 мг/дм^3;
свыше 0,010 до 0,1 мг/дм^3 - 0,001 мг/дм^3;
свыше 0,1 мг/дм^3 - 0,01 мг/дм^3.

12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 При получении двух результатов измерений (X_1, X_2) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725 (часть 6, раздел 5.2.).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r$$

Значения r приведены в таблице 2.

12.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1}$, $X_{лаб2}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725 (часть 6, раздел 5.3).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200\frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R$$

Значения R приведены в таблице 2.

13. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

- Контроль стабильности результатов измерений путем контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности и погрешности в соответствии с рекомендациями

ГОСТ Р ИСО 5725 (часть 6) (используют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты). Периодичность контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

- Оперативный контроль процедуры измерения путем оценки погрешности (при необходимости), например, с использованием образцов для контроля (см. п. 13.2).

13.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля

В качестве образцов для контроля используют образец, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля К

Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$Кк = |X-C|,$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации вещества в образце для контроля;

C – аттестованное значение вещества в образце для контроля.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_л,$$

где $\Delta_л$ – характеристика погрешности аттестованного значения вещества в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики.

Примечание: На первом этапе проведения контроля после внедрения методики допускается считать $\Delta_л = 0{,}84\,\Delta$ *, где* Δ *– приписанная характеристика погрешности методики, которую рассчитывают по формуле:*

$$\Delta = 0{,}01 \times C \times \delta$$

Значения δ *приведены в таблице 1*

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$Кк \leq К$$

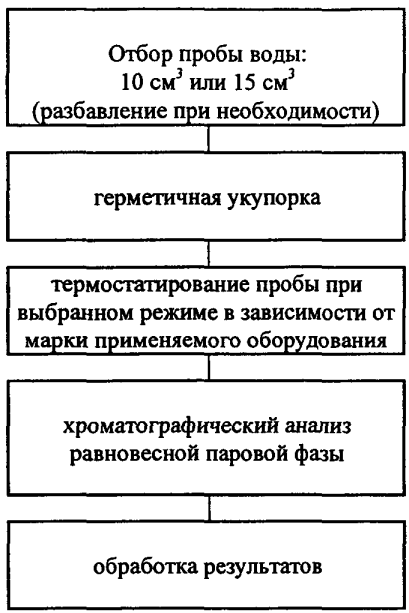
При невыполнении условия контроль повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Т а б л и ц а 2 - Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений

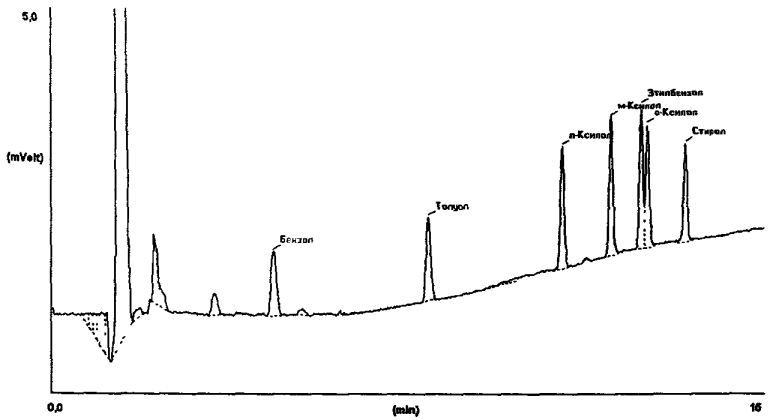
Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов измерений при P=0,95), r, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений при P=0,95), R, %
Бензол от 0,005 до 0,5 вкл.	42	61
Толуол от 0,005 до 0,5 вкл	48	66
Этилбензол от 0,0025 до 0,01 вкл.	45	64
о-Ксилол от 0,0025 до 0,05 вкл.	45	64
м-Ксилол от 0,0025 до 0,05 вкл.	42	61
п-Ксилол от 0,0025 до 0,05 вкл.	42	61
Стирол от 0,005 до 1 вкл.	48	66

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Блок-схема проведения анализа



ПРИЛОЖЕНИЕ 2



Хроматограмма градуировочного раствора с массовой концентрацией каждого из определяемых веществ 0,01 мг/дм^3 на колонке CP-Chirasil-DEX CB фирмы «Varian» длиной 25 м, диаметром 0,32 мм, толщиной пленки 0,25 мкм.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 017/01.00301-2010/2011

Методика измерений массовых концентраций ароматических углеводородов в питьевых, природных и сточных водах газохроматографическим методом,

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

разработанная Аналитическим центром ЗАО «РОСА» 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2:4.57-96 «Методика измерений массовых концентраций ароматических углеводородов в питьевых, природных и сточных водах газохроматографическим методом, 2011 г., на 14 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» С.А. Хахалин

Дата выдачи: 12.10.2011 г.

125080, г. Москва, Волоколамское ш... стр. 1, тел.: (495) 943-29-44, www.fcao.ru

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ изготовлен ЗАО "Оптикон" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел. 646-9066 606 7617 г. Москва 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 017/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовых концентраций ароматических углеводородов в питьевых, природных и сточных водах газохроматографическим методом на 1 листе

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

Наименование определяемого показателя, диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P = 0,95), $\pm \delta_c$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), $\pm \delta$, %
Бензол От 0,005 до 0,5 вкл.	15	22	16	46
Толуол От 0,005 до 0,5 вкл.	17	24	14	49
Этилбензол От 0,0025 до 0,01 вкл.	16	23	22	50
о-Ксилол От 0,0025 до 0,05 вкл.	16	23	13	47
м-Ксилол От 0,0025 до 0,05 вкл.	15	22	12	45
п-Ксилол От 0,0025 до 0,05 вкл.	15	22	10	44
Стирол От 0,005 до 1 вкл.	17	24	11	48

2 Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности P = 0,95

Наименование определяемого показателя	Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Бензол	От 0,005 до 0,5 вкл.	61
Толуол	От 0,005 до 0,5 вкл.	66
Этилбензол	От 0,0025 до 0,01 вкл.	64
о-Ксилол	От 0,0025 до 0,05 вкл.	64
м-Ксилол	От 0,0025 до 0,05 вкл.	61
п-Ксилол	От 0,0025 до 0,05 вкл.	61
Стирол	От 0,005 до 1 вкл.	66

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»
Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389, дата выдачи: 24.11.2009 г.) Т.Н. Попова

gost.e-ecolog.ru

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