МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России»

_____ Г.М. Цветков

"23" _____ 2004 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ И СИММ-ТРИАЗИНОВЫХ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 14.1:2:4.205-04

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

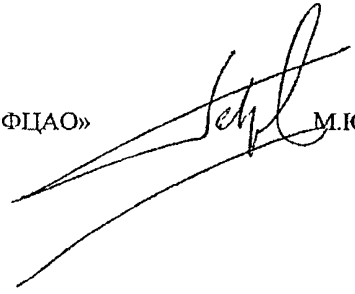
МОСКВА 2004 г.
(издание 2009 г.)

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:

Аналитический центр ЗАО "Роса"
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7
Телефон: (495) 439 52 13
Факс: (495) 435 13 00

Код МВИ в Федеральном реестре: ФР.1.31.2001.00326

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика **преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.**

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовых концентраций азот- и фосфорорганических пестицидов (АФОП) в питьевых, природных и сточных водах. Перечень и диапазоны измерения определяемых веществ приведены в табл. 1.

Блок-схема анализа приведена в Приложении 1.

Т а б л и ц а 1 - Перечень и диапазоны измерения определяемых азот- и фосфорорганических пестицидов (АФОП)

Наименование АФОП	Диапазоны измерений, мг/дм^3		
	Без разбавления проб		С разбавлением проб дистиллированной водой
	Питьевые и природные воды	Сточные воды	Питьевые, природные и сточные воды
Атразин	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 2,5
Малатион (карбофос)	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,5
Метилпаратион (метафос)	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Метолахлор (дуал)	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Метрибузин	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Оксихом (оксадиксил)	0,0001 – 0,01	0.0005 – 0,01	0,01 – 0,05
Прометрин	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 3
Пропазин	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 5,0
Рейсер (флурохлоридон)	0,0002 – 0,01	0,0010 – 0,01	0,01 – 0,2
Ридомил (металаксил)	0,0001 – 0,01	0,0005 – 0,010	0,01 – 0,1
Рогор (диметоат)	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Семерон (десметрин)	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Симазин	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Стомп (пендиметалин)	0,00025 – 0,01	0,00125 – 0,01	0,01 – 0,25
Фозалон	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 0,25
Фталофос (фосмет)	0,00005 – 0,01	0,00025 – 0,01	0,01 – 2,5

Примечание 1: Если массовая концентрация АФОП в пробе воды более 0,01 мг/дм^3, то пробу необходимо разбавить дистиллированной водой и повторить анализ.

Примечание 2: Если массовая концентрация АФОП в экстракте, полученном при пробоподготовке, превышает максимальную точку градуировочной характеристики, то экстракт следует разбавить ацетоном.

1. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Таблица 2 - Диапазон измерения, значение показателя повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм^3	Показатель повторяемости σ_r (δ), %	Показатель воспроизводимости, σ_R (δ), %	Показатель точности, при P=0,95 δ, %
Атразин			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,01 вкл.	14	19	40
св. 0,01 до 0,1 вкл.	10	15	30
св. 0,1 до 0,5 вкл.	7	10	20
Малатион			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,01 вкл.	14	19	40
св. 0,01 до 0,1 вкл.	10	15	30
Метилпаратион			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,01 вкл.	14	19	40
св. 0,01 до 0,05 вкл.	10	15	30
Метолахлор			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	25	53
св. 0,0001 до 0,0005 вкл.	17	24	50
Метрибузин			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	27	56
св. 0,0001 до 0,0005 вкл.	17	24	50
Оксадиксил			
От 0,0001 до 0,001 вкл.	18	25	50
Св. 0,001 до 0,01 вкл.	10	22,5	45
Прометрин			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,01 вкл.	14	19	40
св. 0,01 до 0,1 вкл.	10	15	30
св. 0,1 до 3,0 вкл.	7	10	20
Пропазин			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,01 вкл.	14	19	40
св. 0,01 до 0,1 вкл.	10	15	30
св. 0,1 до 1,0 вкл.	7	10	20

Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм^3	Показатель повторяемости σ_r (δ), %	Показатель воспроизводимости, σ_R (δ), %	Показатель точности, при P=0,95 δ, %
Рейсер (флурохлоридон)			
От 0.0002 до 0.01 вкл.	10	23	46
Св. 0.01 до 0.04 вкл.	6	17,5	35
Ридомил (металаксил)			
от 0,0001 до 0,002 вкл.	10	25	50
Рогор			
от 0,00005 до 0,0005 вкл.	18	26	57
Семерон			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,0005 вкл.	17	24	50
Симазин			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,005 вкл.	14	19	40
Стомп (пендиметалин)			
от 0,00025 до 0,005 вкл.	8	22,5	45
св. 0,005 до 0,05 вкл.	6	17,5	35
Фозалон			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	22	32	65
св. 0,0001 до 0,005 вкл.	17	24	50
Фталофос			
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	20	28	60
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	17	24	50
св. 0,001 до 0,01 вкл.	14	19	40
св. 0,01 до 0,1 вкл.	10	15	30
св. 0,1 до 0,5 вкл.	8	12	25

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения концентраций азот- и фосфорорганических пестицидов (АФОП) выполняют методом газовой хроматографии с использованием азотно-фосфорного детектора после количественного извлечения определяемых соединений из подкисленной пробы воды хлористым метиленом и концентрирования экстракта.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

3.1. Средства измерений

3.1.1. Хроматограф газовый в комплекте:

- Детектор азотно-фосфорный.
- Устройство для автоматического отбора и ввода проб.

- Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая с фазой дифенилдиметилсилоксан, длиной 30 м, диаметром 0,25 мм, толщиной пленки 0,25 мкм, например, DB-5MS (в качестве основной) и DB-1 (в качестве альтернативной) фирмы «Agilent Technologies» или любой другой.

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

3.1.3. Государственные стандартные образцы (ГСО) азот- и фосфорорганических пестицидов (АФОП), перечисленные в табл. 1.

Примечание: При отсутствии ГСО допускается использовать вещества гарантированной чистоты с содержанием основного вещества не менее 98 % или аттестованные растворы с относительной погрешностью не более 4 %, например, фирм «Supelco», «ChemService» или любой другой.

3.1.4. Колбы мерные вместимостью 5, 10 и 100 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

3.1.5. Мензурки вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

3.1.6. Микрошприцы вместимостью 0,005; 0,010; 0,050 и 0,1 $см^3$ фирмы «Hamilton».

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

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

3.2. Вспомогательные устройства

3.2.1. Баня песчаная с температурным режимом 50–100 °С, снабженная регулятором температуры, например, фирмы «Gerhardt».

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

3.2.3. Воронки делительные ВД-3 250 29/32 по ГОСТ 8613.

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

3.2.5. Компрессор сжатого воздуха любой, например, «MAXIMA» для аквариума (сжатый воздух используется для обдува при концентрировании экстракта)..

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

3.2.7. Принтер любой.

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

3.2.9. Установка для перегонки органических растворителей (хлористого метилена), состоящая из круглодонной колбы, дефлегматора, прямого стеклянного холодильника, приемной колбы, алонжа и водяной бани или

колбонагревателя с температурой нагрева от 40 С до 80 °С, снабженных регулятором температуры.

3.2.10. Флаконы герметично закрывающиеся с завинчивающимися крышками вместимостью 1,5–2 $см^3$, снабженные прокладками с тефлоновым покрытием и конусными вставками вместимостью 0,1 $см^3$.

3.2.11. Флаконы пенициллиновые ФО 0АБ-1, ТУ 64-10-77.

3.2.12. Холодильник бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры (2–10) °С.

3.2.13. Шкаф сушильный типа СНОЛ ТУ 16-681.032.

3.2.14. Стакан химический вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 25336.

3.3. Материалы

3.3.1. Азот сжатый по ГОСТ 9293.

3.3.2. Бумага индикаторная универсальная, например, ПНД 50-975 фирмы «Хемапол» (Чехия).

3.3.3. Вата медицинская хирургическая хлопковая по ГОСТ 5556.

3.3.4. Водород сжатый по ГОСТ 3022.

3.3.5. Воздух сжатый по ТУ 6 21.

3.3.6. Гелий сжатый по ТУ 51-940.

Допускается использовать другие вспомогательные устройства и материалы с аналогичными характеристиками.

3.4. Реактивы

3.4.1. Ацетон, х.ч., по ГОСТ 2603.

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

3.4.3. Кислота хлороводородная (кислота соляная) концентрированная, х.ч. по ГОСТ 3118 или кислота хлороводородная стандарт-титр 0,1 моль/$дм^3$ по ТУ 2642-001-33813279.

3.4.4. Метилен хлористый (дихлорметан), х.ч., по ТУ-6-09-3375-78 (см. п.9.1).

3.4.5. Натрий сернокислый (натрия сульфат) безводный, х.ч., ГОСТ 4166.

Допускается использовать другие реактивы при условии, что их квалификация не хуже указанных.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

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

4.2. При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

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

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию инженера или техника-химика, владеющих методом хроматографического анализа, знающих конструкцию, принцип действия и правила эксплуатации данного оборудования.

К выполнению работ по пробоподготовке допускают лиц, имеющих квалификацию техника-химика или лаборанта-химика, обученных методике подготовки пробы для хроматографического анализа.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ 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 «Вода. Общие требования к отбору проб» и ГОСТ Р 51593 «Отбор проб. Питьевая вода» в стеклянные герметично закупоривающиеся флаконы. Объем отбираемой пробы питьевой, природной или сточной воды должен быть не менее 0,2 $дм^3$.

7.2. Отобранную пробу анализируют в течение 3-х суток. Если такой возможности нет, пробу подкисляют 0,1 моль/$дм^3$ раствором соляной кислоты (2–5 $см^3$) и хранят в холодильнике при температуре 2–10 °С не более 7 суток.

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

- место, время и дату отбора;
- определяемый показатель;
- шифр пробы;
- должность, фамилию 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 измерения с использованием абсолютной градуировки согласно

руководству по эксплуатации программного обеспечения. В качестве газа-носителя используют гелий или азот.

Хроматограф выводят на режим при следующих условиях:

Температуры	
испарителя	200–250 °С
детектора	300–350 °С
термостата колонок	
начальная	120 °С
конечная	260 °С
Линейное программирование температуры	
скорость нагрева	15 °С/мин до 180 °С
скорость нагрева	20 °С/мин до 260 °С
Время выдержки	
при начальной температуре	1 мин
при температуре 180 °С	5 мин
при температуре 260 °С	5 мин
Расходы газов	
гелия или азота (газ носитель)	1–5 $см^3$/мин
гелия или азота ("Маке - UP")	6–30 $см^3$/мин (25–60 кПа)
водорода (на детектор)	2–4 $см^3$/мин (20–30 кПа)
воздуха (на детектор)	40–80 $см^3$/мин (25–60 кПа)
Деление потока	без деления потока
Объем вводимой пробы	0,001–0,005 $см^3$

Примечание: Допускается изменять условия хроматографирования в зависимости от количества определяемых веществ и используемой хроматографической колонки.

8.2. Подготовка хроматографической колонки

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

8.3. Приготовление градуировочных растворов

Основные градуировочные растворы определяемых АФОП с массовой концентрацией 1 мг/$см^3$ в ацетоне готовят весовым методом. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 $см^3$ помещают навески по 10 мг каждого АФОП, растворяют в ацетоне и доводят объем раствора до метки ацетоном.

Основные градуировочные растворы хранят не более 6 месяцев при температуре 2-10 °С в герметично закрытых емкостях. Перед использованием основные растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

Промежуточный градуировочный раствор смеси АФОП с массовой концентрацией 0,01 мг/$см^3$ готовят разбавлением основных градуировочных растворов ацетоном. Для этого в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ вносят по 0,1 $см^3$ основных растворов, объем раствора доводят до метки ацетоном. 1 $см^3$

полученного промежуточного градуировочного раствора содержит по 0,01 мг каждого АФОП.

Промежуточные градуировочные растворы хранят не более 6 месяцев при температуре 2–10 °С в герметично закрытых емкостях. Перед использованием промежуточные растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

Градуировочные растворы АФОП с массовыми концентрациями 0,00005–0,0001–0,0002–0,00025–0,0005–0,001–0,002 мг/см^3 готовят путем разбавления промежуточного градуировочного раствора. Для этого в мерные колбы вместимостью 10 см^3 помещают небольшое количество ацетона, добавляют 0,05–0,1–0,2–0,25–0,5–1–2 см^3 промежуточного градуировочного раствора, доводят объем раствора до метки ацетоном и перемешивают.

При установлении градуировочных характеристик атразина, малатиона, матилпаратиона, метолахлора, метрибузина, прометрина, пропазина, рогора, семерона, симазина, фозалона и фталофоса используют результаты хроматографирования градуировочных растворов 0,00005–0,0001–0,00025–0,0005–0,001–0,002 мг/см^3.

При установлении градуировочных характеристик оксихома и ридомила используют результаты хроматографирования градуировочных растворов 0,0001–0,0002–0,00025–0,0005–0,001–0,002 мг/см^3, стомпа 0,00025–0,0005–0,001–0,002 мг/см^3.

При установлении градуировочных характеристик рейсера 0,0002–0,00025–0,0005–0,001–0,002 мг/см^3,

Градуировочные растворы хранят не более 3 месяцев при температуре 2–10 °С в герметично закрытых емкостях. Перед использованием градуировочные растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

Примечание: Допускается в качестве основного и промежуточного растворов использовать растворы с другой массовой концентрацией при соответствующей корректировке схемы приготовления градуировочных растворов.

8.4. Построение градуировочной характеристики

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

Каждый градуировочный раствор хроматографируют дважды при условиях, указанных в п. 8.1. Затем с помощью программного модуля градуировки управляющей программы получают для каждого анализируемого вещества градуировочный график и относительный градуировочный коэффициент A_i, который используют при обработке результатов измерений.

Коэффициент линейной корреляции должен быть не менее 0,98.

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

Проверку стабильности градуировочных характеристик проводят перед анализом серии проб по результатам измерений одного из градуировочных растворов. Перечень показателей, по которым проводят контроль, устанавливается в лаборатории. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если измеренное значение массовой концентрации отличается от аттестованного значения не более чем на 25 %, а время удерживания определяемых веществ в градуировочном растворе отклоняется от установленного при градуировке времени удерживания не более чем на 20 с.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение 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 градуировочных растворов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата от градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

Компоненты идентифицируют по абсолютным временам удерживания.

Пример типичной хроматограммы представлен в Приложении 2.

8.5. Установление поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке

Образцы для установления поправочного коэффициента, учитывающего потери при пробоподготовке, представляют собой пробы питьевых, природных и сточных вод с введенными добавками аттестованных растворов АФОП, соответствующими нижней, верхней границам и середине диапазона измерений. Для приготовления образцов используют пробы питьевых, природных и сточных вод, содержащие АФОП в массовых концентрациях меньше нижней границы измерений (для каждого определяемого вещества). Для этого дополнительно с каждой серией образцов проводят анализ холостой пробы: 100 $см^3$ отобранной воды подвергают процедуре подготовки пробы по п. 9.3 и выполняют измерения по п. 9.4.

Приготовленные образцы подвергают процедуре пробоподготовки (см. п. 9.3), получая по 0,2 $см^3$ (для питьевой и природной воды) или 1 $см^3$ (для сточной воды) экстракта. Полученные экстракты хроматографируют и определяют массовую концентрацию каждого определяемого вещества в образце, подвергнутом процедуре пробоподготовки. Затем вычисляют поправочный коэффициент $K_{пi}$, учитывающий потери при пробоподготовке, как отношение измеренного значения массовых концентраций АФОП в образце, подвергнутом процедуре пробоподготовки, к аттестованному значению массовых концентраций этих веществ в образце по формуле:

$$K_{пi} = \frac{X_i}{C_i} \quad ,$$

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

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

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

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

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовых концентраций азот- и фосфорорганических пестицидов выполняют следующие операции.

9.1. Подготовка реактивов

Проверку чистоты каждой новой партии очищенного хлористого метилена осуществляют с помощью хроматографа. Для этого 10 см^3 метилена хлористого помещают в пенициллиновый флакон и упаривают на песчаной бане при температуре (60±5) °С в токе воздуха или азота до объема ~ 0,1 см^3. Затем флакон оставляют на столе вытяжного шкафа до полного улетучивания хлористого метилена.

К сухому остатку добавляют 0,2 см^3 ацетона при анализе питьевой и природной воды (или 1 см^3 при анализе сточной воды). Затем экстракт анализируют в условиях хроматографирования пробы. На хроматограмме не должны присутствовать пики, мешающие определению АФОП. В случае, когда от мешающих пиков избавиться нельзя, их учитывают при обработке результатов анализа.

Примечание: В случае необходимости дополнительной очистки хлористого метилена в лаборатории его перегоняют с помощью установки (см. п 3.2.9), отбрасывая первую и последнюю порцию отгона.

9.2. Приготовление растворов

0,1 моль/дм^3 раствор хлороводородной кислоты готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 концентрированной хлороводородной кислоты и осторожно небольшими порциями добавляют дистиллированную воду до метки. Срок хранения раствора не более 6 месяцев при температуре окружающей среды.

9.3. Подготовка аппаратуры

Хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с условиями, указанными в п. 8.1. На компьютере в программе управления активизируют метод измерения.

9.4. Подготовка пробы и выполнение измерений

В мензурку вместимостью 100 $см^3$ помещают 100 $см^3$ анализируемой пробы.

Примечание: При содержании АФОП в пробе в концентрации более 0,01 $мг/дм^3$ проводят предварительное разбавление пробы дистиллированной водой.

Пробу подкисляют 0,1 $моль/дм^3$ раствором хлороводородной кислоты (2–5 $см^3$) до pH 4–5 (по индикаторной бумаге). Содержимое мензурки переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ хлористого метилена, делительную воронку закрывают притертой пробкой, несколько раз интенсивно встряхивают, открывая периодически кран воронки, чтобы выпустить пары хлористого метилена. Затем делительную воронку устанавливают в кольцо шюттель-аппарата, закрепляют держателем и включают шюттель-аппарат на 10 мин со скоростью 60–80 встряхиваний в мин.

Примечание: Допускается осуществлять экстракцию ручным способом в течение 10 мин.

После экстракции делительную воронку оставляют в покое до разделения фаз (~15 мин). Экстракт собирают в пенициллиновый флакон вместимостью 10 $см^3$, пропуская через коническую воронку с 6–8 г (слой ~1,5 см) безводного натрия сернокислого (на дно конусной части воронки следует положить кусочек ваты). Перед использованием коническую ворону с натрием сернокислым и ватой промывают 5–7 $см^3$ хлористого метилена. Затем экстракт осторожно упаривают на песчаной бане при температуре (60±5) °С до едва заметных следов в токе воздуха (или азота). Затем флакон оставляют на столе вытяжного шкафа до полного улетучивания хлористого метилена.

К сухому остатку добавляют 0,2 $см^3$ ацетона при анализе питьевой и природной воды (*или* 1 $см^3$ при анализе сточной воды). Полученные экстракты хроматографируют в тот же день. В случае невозможности немедленного проведения анализа флаконы с сухим остатком герметично закупоривают и хранят в холодильнике при температуре 2–10 °С не более 7 суток.

Компоненты идентифицируют по временам удерживания в соответствии с градуировкой.

В случае, когда массовая концентрация компонента в экстракте выше массовой концентрации максимальной точки градуировочной характеристики, экстракт следует разбавить ацетоном и провести повторное измерение. При вычислении результатов измерений необходимо учесть степень разбавления.

Примечание: При обнаружении АФОП в анализируемых пробах для повышения надежности идентификации рекомендуется проводить дополнительный хроматографический анализ на хромато-масс-спектрометре или на альтернативной колонке, например, DB-1.

10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

$$X = \frac{S_x * V_э}{A_i * K_{пср} * V_a} * 1000,$$

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

S_x – площадь пика определяемого вещества в экстракте, мВ*с;

$V_э$ – объем экстракта, см^3;

A_i – относительный градуировочный коэффициент, мВ*с*см^3/мг (см. п. 8.4);

V_a – объем анализируемой пробы воды, см^3;

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

1000 – коэффициент для перевода массовой концентрации в мг/дм^3.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений в задании на анализ представляют в виде:

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

где X – результат анализа, мг/дм^3;

Δ – значение показателя точности, $\Delta = \delta * 0,01 * X$, мг/дм^3;

δ - значение показателя точности, % (см. табл. 2).

Результаты измерений при занесении в задание на анализ округляют с точностью до:

при массовой концентрации от 0,00005 мг/дм^3 до 0,0001 мг/дм^3 – 0,000001 мг/дм^3;

свыше 0,0001 мг/дм^3 до 0,001 мг/дм^3	- 0,00001 мг/дм^3;
свыше 0,001 мг/дм^3 до 0,01 мг/дм^3	- 0,0001 мг/дм^3;
свыше 0,01 мг/дм^3 до 0,1 мг/дм^3	- 0,001 мг/дм^3;
свыше 0,1 мг/дм^3 до 3 мг/дм^3	- 0,01 мг/дм^3.

12. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r).

12.2. При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований раздела 5.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Расхождение между

результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в табл. 3.

Т а б л и ц а 3 - 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, %
Атразин		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,01 вкл.	39	53
св. 0,01 до 0,1 вкл.	28	42
св. 0,1 до 5 вкл.	20	28
Малатион		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,01 вкл.	39	53
св. 0,01 до 0,1 вкл.	28	42
Метилпаратион		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,01 вкл.	39	53
св. 0,01 до 0,05 вкл.	28	42
Метолахлор		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	70
св. 0,0001 до 0,0005 вкл.	48	67
Метрибузин		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	76
св. 0,0001 до 0,0005 вкл.	48	67
Оксихом (оксадиксил)		
от 0,0001 до 0,001 вкл.	50	70
св. 0,001 до 0,01 вкл.	28	63
Прометрин		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,01 вкл.	39	53
св. 0,01 до 0,1 вкл.	29	42
св. 0,1 до 3,0 вкл.	20	28
Пропазин		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,01 вкл.	39	53
св. 0,01 до 0,1 вкл.	28	42
св. 0,1 до 1,0 вкл.	20	28
Рейсер (флурохлоридон)		
от 0,0002 до 0,01 вкл.	28	64
св. 0,01 до 0,04 вкл.	17	49

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, %
Ридомил (металаксил)		
от 0,0001 до 0,002 вкл.	28	70
Рогор		
от 0,0005 до 0,0005 вкл.	50	73
Семерон		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,0005 вкл.	48	67
Симазин		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,005 вкл.	39	53
Стомп (пендиметалин)		
от 0,00025 до 0,005 вкл.	22	63
св. 0,005 до 0,05 вкл.	17	17,5
Фозалон		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	62	90
св. 0,0001 до 0,005 вкл.	39	67
Фталофос		
от 0,00005 до 0,0001 вкл.	56	78
св. 0,0001 до 0,001 вкл.	48	67
св. 0,001 до 0,01 вкл.	39	53
св. 0,01 до 0,1 вкл.	28	42
св. 0,1 до 0,5 вкл.	22	34

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности погрешности и среднеквадратического отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности).

13.2. Контроль процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля:

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием ГСО или вещества гарантированной чистоты.

Результат контрольной процедуры $K_к$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$K_K = X - C, \text{ где}$$

X – результат анализа, мг/дм^3;

С – аттестованное значение определяемого вещества в образце для контроля, мг/дм^3.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля (мг/дм^3) К по формуле:

$K = C \times \delta_л \times 0{,}01$,

где $\pm\ \delta_л$ – характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

Примечание: На первом этапе допускается считать $\delta_л = 0{,}84 \times \delta$, где δ – показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le |K|,$$

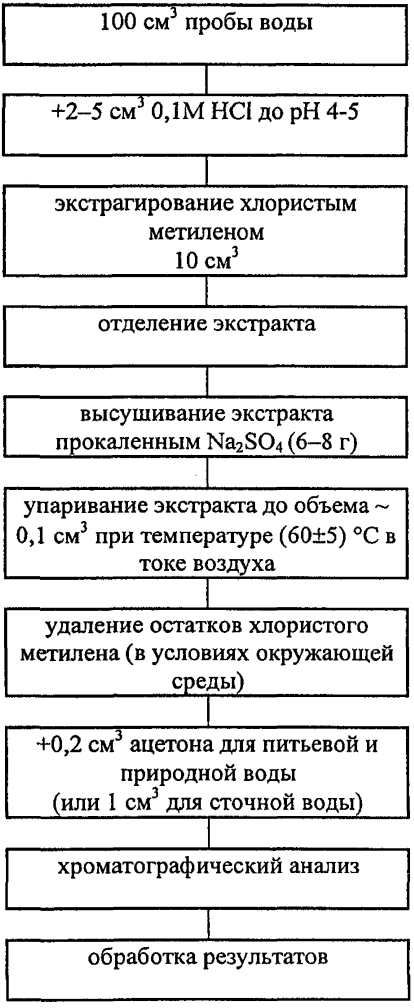
процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

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

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

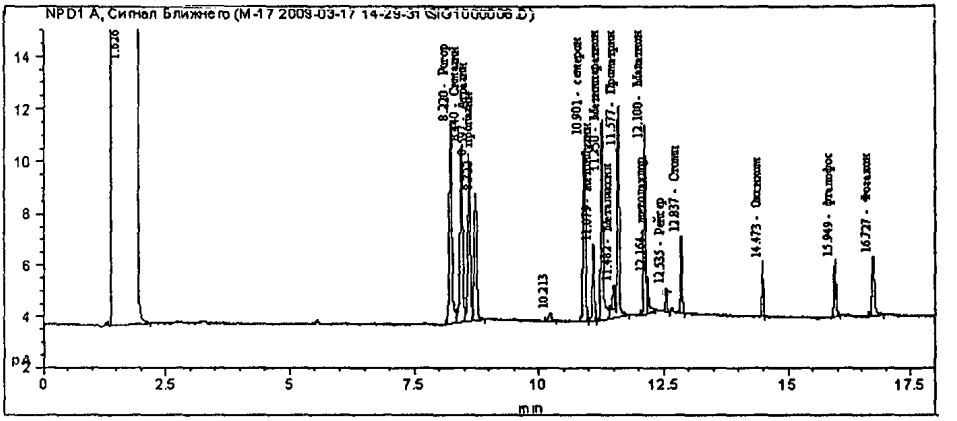
ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (рекомендуемое)

Блок-схема анализа азот- и фосфорорганических пестицидов



ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (рекомендуемое)

Пример хроматограммы азот- и фосфорорганических пестицидов



1-Рогор;
2-Симазин;
3-Атразин;
4-Пропазин;
5-Семерон;
6-Метрибузин;
7-Метилпаратион;
8-Металаксил;
9-Прометрин;
10-Малатион;
11-Метолахлор;
12-Рейсер;
13-Стомп;
14-Оксихом;
15-Фталофос;
16-Фозалон.

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	Факс: (3432) 502-039 Телефон: (3432) 502-618 E-mail:uniim@uniim.ru	4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-039 Phone: (3432) 502-618 E-mail: uniim@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.11.337 / 2004
CERTIFICATE
об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовых концентраций фосфорорганических и сим-триазиновых пестицидов в пробах питьевых, природных и сточных вод газохроматографическим методом,* разработанная *Аналитическим Центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (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, правильности, повторяемости и воспроизводимости

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0 95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0 95), $\pm\delta$, %
Атразин				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	17	24	17	50
св. 0.001 до 0.01 вкл.	14	19	15	40
св. 0,01 до 0.1 вкл.	10	15	8	30
св. 0.1 до 0.5 вкл.	7	10	5	20
Малатион				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	17	24	17	50
св. 0.001 до 0.01 вкл.	14	19	15	40
св. 0.01 до 0.1 вкл.	10	15	8	30
Метилпаратион				
от 0,00005 до 0.0001вкл	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0,001 вкл.	17	24	17	50
св.0.001 до 0.01 вкл.	14	19	15	40
св. 0,01 до 0.05 вкл.	10	15	8	30
Прометрин				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	17	24	17	50
св. 0.001 до 0.01 вкл.	14	19	15	40
св. 0.01 до 0.1 вкл.	10	15	8	30
св. 0.1 до 3.0 вкл.	7	10	5	20
Фозалон				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	22	32	18	65
св. 0.0001 до 0.005 вкл.	17	24	16	50

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_с$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
Фталофос				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	17	24	17	50
св. 0.001 до 0.01 вкл.	14	19	13	40
св. 0.01 до 0.1 вкл.	10	15	8	30
св. 0.1 до 0.5 вкл.	8	12	7	25
Семерон				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.0005 вкл.	17	24	17	50
Симазин				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	17	24	17	50
св. 0.001 до 0.005 вкл.	14	19	15	40
Пропазин				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	28	19	60
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	17	24	17	50
св. 0.001 до 0.01 вкл.	14	19	13	40
св. 0.01 до 0.1 вкл.	10	15	8	30
св. 0.1 до 1.0 вкл.	7	10	5	20
Рогор				
от 0.00005 до 0.0005 вкл.	18	26	25	57
Метрибузин				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	27	18	56
св. 0.0001 до 0.0005 вкл.	17	24	17	50
Метолахлор				
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	20	25	19	53
св. 0.0001 до 0.0005 вкл.	17	24	17	50

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

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Атразин	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.01 вкл.	53
св. 0.01 до 0.1 вкл.	42
св. 0.1 до 0.5 вкл.	28
Малатион	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.01 вкл.	53
св. 0.01 до 0.1 вкл.	42
Метилпаратион	
от 0.00005 до 0.0001 вкл	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.01 вкл.	53
св. 0.01 до 0.05 вкл.	42

Наименование определяемого компонента и диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
Прометрин	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.01 вкл.	53
св. 0.01 до 0.1 вкл.	42
св. 0.1 до 3.0 вкл.	28
Фозалон	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	90
св. 0.0001 до 0.005 вкл.	67
Фталофос	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.01 вкл.	53
св. 0.01 до 0.1 вкл.	42
св. 0.1 до 0.5 вкл.	34
Семерон	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.0005 вкл.	67
Симазин	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.005 вкл.	53
Пропазин	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	78
св. 0.0001 до 0.001 вкл.	67
св. 0.001 до 0.01 вкл.	53
св. 0.01 до 0.1 вкл.	42
св. 0.1 до 1.0 вкл.	28
Ротор	
от 0.00005 до 0.0005 вкл.	73
Метрибузин	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	76
св. 0.0001 до 0.0005 вкл.	67
Метолахлор	
от 0.00005 до 0.0001 вкл.	70
св. 0.0001 до 0.0005 вкл.	67

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 контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

4 Дата выдачи свидетельства 24.09.2004 г.

Зам. директора по научной работе С.В Медведевских

0933

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 224.01.11.196/2006

Методика выполнения измерений массовых концентраций пестицидов в питьевых и природных водах методом газовой хроматографии,

наименование измеряемой величины, объекта и метода измерений

разработанная Аналитическим центром контроля качества воды ЗАО «РОСА» (г. Москва),

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений

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

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

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе С.В.Медведевских

Зав.лабораторией В.И.Панева

Дата выдачи: 09.10.2006 г.

Срок действия: -----

М.П.

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

Приложение к свидетельству № 224.01.11.196/2006
об аттестации методики выполнения измерений массовых концентраций пестицидов в питьевых и природных водах методом газовой хроматографии

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

Наименование определяемого показателя и диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r,%	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ± δ,%
Металаксил			
От 0.0001 до 0.002 вкл.	10	25	50
Оксадиксил			
От 0.0001 до 0.001 вкл.	18	25	50
Св. 0.001 до 0.01 вкл.	10	22.5	45
Флурохлоридон			
От 0.0002 до 0.01 вкл.	10	23	46
Св. 0.01 до 0.04 вкл.	6	17.5	35
Пендиметалин			
От 0.00025 до 0.005 вкл.	8	22.5	45
Св. 0.005 до 0.05 вкл.	6	17.5	35

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, %
Металаксил	
От 0.0001 до 0.002 вкл.	70
Оксадиксил	
От 0.0001 до 0.001 вкл.	70
Св. 0.001 до 0.01 вкл.	63
Флурохлоридон	
От 0.0002 до 0.01 вкл.	64
Св. 0.01 до 0.04 вкл.	49
Пендиметалин	
От 0.00025 до 0.005 вкл.	63
Св. 0.005 до 0.05 вкл.	17.5

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.

Зав. лабораторией 224 В.И. Панева
ФГУП «УНИИМ»

gost.e-ecolog.ru