ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный [illegible] анализа и оценки техноген-[illegible]действия»



Г.М. Цветков

«27» июля 2005 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЛЕТУЧИХ ФЕНОЛОВ В ПРОБАХ ПОЧВ, ОСАДКАХ СТОЧНЫХ ВОД И ОТХОДОВ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ОТГОНКИ С ВОДЯНЫМ ПАРОМ

ПНД Ф 16.1:2.3:3.44-05

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2005 г.

gost.e-ecolog.ru

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений содержания летучих фенолов в пробах почв, осадков сточных вод и отходов фотометрическим методом после отгонки с водяным паром.

Диапазон измерения массовой концентрации летучих фенолов для почв от 0,05 до 4,0 мг/кг, для отходов и осадков сточных вод – от 0,05 до 80,0 мг/кг.

Если массовая концентрация летучих фенолов в пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление перегнанной пробы таким образом, чтобы концентрация фенолов соответствовала регламентированному диапазону.

Мешающее влияние сероводорода устраняют прибавлением сернокислой меди при перегонке.

1 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Фотометрический метод определения массовой концентрации летучих фенолов основан на отгонке фенолов из подкисленной пробы почвы, взаимодействии их в отгоне с 4-аминоантипирином в присутствии персульфата аммония и измерении оптической плотности при λ=510 нм.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

Таблица 1 - Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/кг	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), $\pm\delta$, %
Почвы			
От 0,05 до 0,1 вкл.	15	22	44
Св. 0,1 до 0,15 вкл	10	14	28
Св. 0,15 до 4 вкл.	7	10	20
Отходы, осадки сточных вод			
От 0,05 до 0,1 вкл.	15	22	44
Св. 0,1 до 0,15 вкл.	10	14	28
Св. 0,15 до 1,0 вкл.	7	10	20
Св. 1,0 до 80 вкл.	6	8	16

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 540 нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм

Весы лабораторные технические ГОСТ 24104-2001

Весы лабораторные аналитические, например, ВЛР-200 ГОСТ 24104-2001

Гири ГОСТ 7328-2001

pH- метр любой марки

Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 $см^3$ ГОСТ 1770-74

Пипетки градуированные вместимостью 0,5; 1, 5, 10 $см^3$ ГОСТ 29227-91

Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 50, 500 $см^3$ ГОСТ 1770-74

Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора фенола 1 мг/см3 с относительной погрешностью аттестованного значения не более 1% ГСО 7270-96

3.2. Вспомогательные устройства и оборудование

Плитка электрическая с регулятором температуры и закрытой спиралью	ГОСТ 14919-83
Стаканы для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336-82
Стаканы химические вместимостью 100, 500, 1000 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336-82
Колбы конические или плоскодонные	ГОСТ 25336-82
Установка для отгонки фенолов (колба емкостью 500 $см^3$, переходник, каплеуловитель с отводом, холодильник)	ГОСТ 25336-82
Стеклянные палочки	

3.3 Реактивы и материалы

4-аминоантипирин, ч.д.а.	ТУ 6-09-3948-75
Персульфат аммония (аммоний надсернокислый), ч.д.а.	ГОСТ 20478-75
Кислота соляная, ч.д.а.	ГОСТ 3118-77
Кислота серная, ч.д.а.	ГОСТ 4204-77
Аммоний хлористый, ч.д.а.	ГОСТ 3773-72
Аммиак водный, ч.д.а.	ГОСТ 3760-79
Хлороформ, х.ч.	ГОСТ 20015-88
Изоамиловый спирт, ч.д.а.	ТУ 6-09-14-1907-76
Медь сернокислая 5 водная, ч.д.а.	ГОСТ 4165-78
Фенол кристаллический	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Фильтры обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678-77
Бумага индикаторная универсальная	ТУ-09-1181-76

Примечание. Допускается использование средств измерения, оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

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

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

4.4 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотоэлектроколориметра.

6 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

атмосферное давление (84-106) кПа;

температура воздуха (22±6)°С;

относительная влажность воздуха не более 80 % при t = 25°С;

напряжение питания электросети (220 ± 22) В;

частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.4.02-84 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа» и ПНД Ф 12.4.2.1-99 «Отходы минерального происхождения. Рекомендации по отбору и подготовке проб. Общие положения» или другими нормативными документами, утвержденными и применяемыми в установленном порядке.

Для определения летучих фенолов в пробах почвы необходимо отобранный образец почвы поместить в стеклянную банку и закрыть крышкой. Для анализа взвешивают 50 г «сырой» пробы (без предварительного высушивания).

Для определения летучих фенолов в пробах отходов и осадков сточных вод отбирают от 2,5 до 50 г пробы в зависимости от предполагаемого содержания фенолов.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Аммонийно-аммиачный буферный раствор с pH 10,0-10,2

50 г хлорида аммония растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 350 см^3 концентрированного раствора аммиака и проверяют pH раствора pH-метром. Если значение pH раствора отличается от величины 10,0-10,2, необходимо добавить раствор аммиака (при pH < 10), либо хлорид аммония или соляную кислоту (при pH > 10,2). На следующий день необходимо опять провести контроль pH и при необходимости довести его до нужной величины. Контроль следует осуществлять каждые 7 дней. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде до 4 месяцев.

8.2.2 Раствор 4-аминоантипирина, 2 %

1,0 г 4-аминоантипирина растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, фильтруют и переносят в посуду из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 7 дней или при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней. Для выполнения определений пригоден раствор, имеющий бледно-желтую окраску. При появлении темно-желтой или бурой окраски следует приготовить свежий раствор 4-аминоантипирина, либо взять реактив из другой партии.

8.2.3 Раствор персульфата аммония, 20 %

50 г персульфата аммония растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды, нейтрализуют концентрированным раствором аммиака по индикаторной бумаге, доводят объем раствора до 250 см^3 и фильтруют.

Раствор устойчив в течение недели.

8.2.4 Раствор серной кислоты, 10 %

К 450 см^3 дистиллированной воды, помещенной в термостойкий химический стакан, при непрерывном перемешивании приливают 28 см^3 концентрированной серной кислоты и охлаждают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке в течение 1 года.

8.2.5 Раствор сульфата меди, 10 %

50 г меди сернокислой 5 водной растворяют в 450 см^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение 6 мес.

8.2.6 Приготовление градуировочного раствора

Градуировочный раствор готовят из стандартного образца (ГСО) с массовой концентрацией фенола 1 мг/см^3 или кристаллического фенола.

При использовании ГСО производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация фенола в рабочем градуировочном растворе должна составлять 10,0 мг/дм^3. Хранят раствор в холодильнике не более 3 суток.

Приготовление градуировочного раствора из кристаллического фенола выполняют в соответствии с Приложением А.

8.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовыми концентрациями фенола 0 – 0,80 мг/дм^3. Условия проведения анализа должны соответствовать п. 6.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочного графика приведены в табл. 2.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 3 % относительно приписанного значения массовой концентрации фенола.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки при определении летучих фенолов

N	Концентрация фенола, мг/дм^3	Объем градуировочного раствора, см^3	Объем колбы, см^3
1	0,00	0,00	100
2	0,01	0,10	100
3	0,02	0,20	100
4	0,05	0,50	100
5	0,10	1,00	100
6	0,20	2,00	100
7	0,25	2,50	100
8	0,50	5,00	100
9	0,75	7,50	100
10	0,80	8,00	100

В каждую колбу добавляют 5 см^3 буферного раствора с pH=(10,0-10,2), 3 см^3 2% раствора 4-аминоантипирина (свежеприготовленного) и 1 см^3 20 % раствора персульфата аммония (свежеприготовленного), доводят до метки дистиллированной водой и через 10 минут замеряют оптическую плотность при длине волны 510 нм.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию фенола в мг/дм^3, а на оси ординат - оптическую плотность растворов.

Анализ градуировочных образцов проводят в порядке возрастания их концентрации. Каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал или при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

$$| X - C | \le 1{,}96 \cdot 0{,}01 \cdot C \cdot \sigma_{R_л},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации фенола в образце для градуировки, мг/дм^3;

C – аттестованное значение массовой концентрации фенола в образце для градуировки, мг/дм^3;

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

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

Значения σ_R приведены в таблице 1.

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

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

8.5 Определение влажности в пробе

Определение влажности в пробе проводят по ГОСТ 28268-89 «Почвы. Методы определения влажности, максимально гигроскопичной влажности и влажности устойчивого завядания растений» и по ПНД Ф 16.2.2:2.3:3.27-02 «Методика выполнения измерений массовой доли влаги (влажности) в осадках, шламах, донных отложениях, активном иле очистных сооружений гравиметрическим методом».

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Пробу помещают в перегонную колбу со шлифом на 500 см^3, добавляют 300 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 10% раствора сульфата меди и 5 см^3 10% раствора серной кислоты.

Собирают установку для перегонки и отгоняют около 200 $см^3$, затем отгон помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

50 $см^3$ отгона помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора (pH=10,0-10,2), 3 $см^3$ 2% раствора 4-аминоантипирина (свежеприготовленного) и 1 $см^3$ 20% раствора персульфата аммония, доводят до метки дистиллированной водой.

Одновременно ставят холостой опыт с дистиллированной водой, проводя его через все стадии анализа. Через 10 минут после добавления всех реактивов измеряют оптическую плотность по отношению к холостой пробе в кювете с толщиной оптического слоя 50 мм при длине волны 510 нм.

Концентрацию фенолов в мг/$дм^3$ находят по градуировочному графику.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание фенола в почве $X_п$ (мг/кг) определяют по формуле:

$$X_п = \frac{X_к \cdot 100 \cdot 250}{V_{пр} \cdot m},$$

где $X_к$ – содержание фенола, найденное по градуировочному графику, мг/$дм^3$;

100 – объем колбы, $см^3$;

250 – объем дистиллята, $см^3$;

$V_{пр}$ – объем пробы, взятой для анализа, $см^3$;

m – навеска пробы, взятая для анализа, в пересчете на абсолютно сухую почву, г.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Значения предела воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, % при P = 0,95
Почвы	
От 0,05 до 0,1 вкл.	62
Св. 0,1 до 0,15 вкл.	39
Св. 0,15 до 4 вкл.	28
Отходы, осадки сточных вод	
От 0,05 до 0,1 вкл.	62
Св. 0,1 до 0,15 вкл.	39
Св. 0,15 до 1,0 вкл.	28
Св. 1,0 до 80 вкл.	22

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

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$. Значение δ приведено в таблице 1.

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

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

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

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

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

12.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Из отгона (п.9) берут две пробы по 50 $см^3$ помещают в колбы вместимостью 100 $см^3$ и к одной из них делают добавку фенола (ГСО). Величина добавки должна составлять 50 - 150 % от содержания фенолов в исходной пробе. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы *X*, и рабочей пробы с добавкой - *X'*.

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$К_к = | X' - X - C_д |$$

где X' – результат анализа массовой концентрации фенолов в пробе с известной добавкой;

$X_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации фенолов в исходной пробе;

Норматив контроля *K* рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\Delta_{л,X'}^{2} + \Delta_{л,X}^{2}},$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (1)$$

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

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

12.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода варьирования навески

Образцами для контроля являются рабочие пробы почв и отходов.

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = \left| X' - X \right|$$

где X' – результат измерения концентрации фенола в рабочей пробе;

X – результат измерения концентрации фенола в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

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

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - установленные в лаборатории при реализации методики значения характеристики погрешности результатов измерений массовой концентрации фенола в исходной (рабочей) пробе и в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески, соответственно.

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

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Приготовление градуировочного раствора из кристаллического фенола

Для приготовления раствора допускается использовать препарат фенола с бесцветной или со слабо-розовой окраской. Если окраска более интенсивная фенол следует перегонять. Фенол отгоняют при температуре 182°С.

А.1 Основной раствор фенола

Навеску фенола около 0,1 г взвешивают на лабораторных весах с точностью до 0,1 мг, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, обмывая стенки стаканчика этиловым спиртом, растворяют фенол, доводят раствор до метки и перемешивают. Массовую концентрацию фенола в полученном растворе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 1000}{50},$$

где С - массовая концентрация фенола в основном растворе, $мг/см^3$;
а - навеска фенола, г.

Хранят раствор в склянке с плотно закрывающейся пробкой в холодильнике не более 6 мес.

А.2 Промежуточный раствор фенола

Рассчитывают объем основного раствора, который необходимо взять для получения раствора с массовой концентрацией фенола 100 $мкг/см^3$:

$$V = \frac{100 \cdot 50}{C \cdot 1000},$$

где V - объем основного раствора фенола, $см^3$;
С - массовая концентрация фенола в основном растворе, $мг/см^3$.

Рассчитанный объем основного раствора градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят спиртом до метки и перемешивают. Хранят в холодильнике не более 1 мес.

А.3 Градуировочный раствор с массовой концентрацией фенола 10 $мкг/см^3$

Отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 $см^3$ промежуточного раствора фенола, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения в холодильнике не более 3 суток.

0169

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 224.03.03.104 / 2005

Методика выполнения измерений массовой доли летучих фенолов в пробах почв,
наименование измеряемой величины; объекта

осадков сточных вод и отходов фотометрическим методом после отгонки с водяным паром
и метода измерений

разработанная Сетевой лабораторией анализа и мониторинга МПР России по Новгородской области
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

и регламентированная в ПНД Ф 16.1:2.3:3.44-05
обозначение и наименование документа

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.Н. Медведевских

Зав.лабораторией Н.И. Панева

Дата выдачи: 27.06.2005г.

Срок действия: МП

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ» ФГУ «ФЦАО» ДЛЯ ДОКУМЕНТОВ г. Москва

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

Приложение к свидетельству № 224.03.03.104 /2005
об аттестации методики выполнения измерений
массовой доли летучих фенолов в пробах почв, осадков сточных вод и отходов
фотометрическим методом после отгонки с водяным паром

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

Диапазон измерений, мг/кг	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, %
Почвы			
От 0.05 до 0.1 вкл.	15	22	44
Св. 0.1 до 0.15 вкл	10	14	28
Св. 0.15 до 4 вкл.	7	10	20
Отходы, осадки сточных вод			
От 0.05 до 0.1 вкл.	15	22	44
Св. 0.1 до 0.15 вкл.	10	14	28
Св. 0.15 до 1 вкл.	7	10	20
Св. 1 до 80 вкл.	6	8	16

2: Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
Почвы	
От 0.05 до 0.1 вкл.	62
Св. 0.1 до 0.15 вкл	39
Св. 0.15 до 4 вкл.	28
Отходы, осадки сточных вод	
От 0.05 до 0.1 вкл.	62
Св. 0.1 до 0.15 вкл.	39
Св. 0.15 до 1 вкл.	28
Св. 1 до 80 вкл.	22

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории

gost.e-ecolog.ru