

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Федеральный
центр анализа и оценки
экологического 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

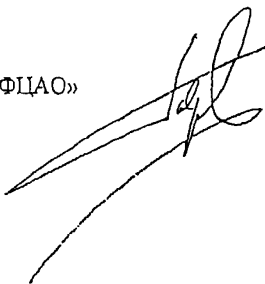
**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА 2008 г.
(издание 2011 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

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

Заместитель директора ФГУ «ФЦАО»

A handwritten signature in black ink, consisting of several fluid, overlapping strokes that form a stylized representation of the name M.Yu. Gavrikov.

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/дм³.

При содержании ЭГ и ДЭГ менее 5 мг/дм³ требуется предварительное концентрирование пробы. При содержании ЭГ и ДЭГ более 50 мг/дм³ необходимо предварительное разбавление пробы.

Предельно допустимая концентрация ЭГ в природных водах - 0,25 мг/дм³

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), $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta, \%$
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, толщиной плёнки неподвижной фазы 0,25 мкм. Неподвижная фаза – ПЭГ 20М (ZBWAХ). 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 мм³, 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 мм³, 50 – 200 мм³, 200– 1000 мм³ 1-5 см³ 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/дм³ (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 см³. 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/дм³.

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 50 см³ с небольшим количеством воды помещают микродозатором 0,025 г (22 – 25 мм³) ДЭГ. Колбу вновь взвешивают. Все взвешивания проводят с точностью до четвертого 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/дм³ и исходного раствора ДЭГ по п.7.3.1. помещают микродозаторами или градуированными пипетками в мерные колбы вместимостью 1000 и 500 см³ согласно табл. 2. Доводят объем раствора в мерной колбе до метки и перемешивают.

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

Номер градуировочного раствора	Объем стандартного образца состава раствора ЭГ концентрацией 1 г/дм ³ , мм ³	Объем исходного раствора ДЭГ концентрацией 500 мг/дм ³ , мм ³	Общий объем 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 $2 - 3 \text{ см}^3$, подогревая колбу на водяной бане. Температура водяной бани ($55 \div 60$) °С. Затем остаток пробы переносят в мерный цилиндр вместимостью 10 см^3 , ополаскивают колбу испарителя небольшими порциями ($0,5 - 1 \text{ см}^3$) 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 aliquоты 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 мм³ 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

Объем анализируемой пробы, мм³ 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 отчет с указанием концентраций анализируемых компонентов, выраженных в миллиграммах на кубический дециметр.

При ручной обработке данных вычисляют площадь пика компонента i по полученному значению площади пика по градуировочному графику находя массовую концентрацию (X_k) компонента в анализируемой пробе в миллиграммах на кубический дециметр. Если при проведении анализа проводилось предварительное разбавление пробы, при вычислении результата анализа необходимо учесть кратность разбавления.

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

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

За результат измерения массовой концентрации определяемого компонента принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости r для двух результатов 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 до- пускаемого расхождения меж- ду двумя результатами па- раллельных определений), $r, \%$	Критический диапазон (относительное значение до- пускаемого расхождения меж- ду тремя результатами па- раллельных определений) $CR_{0,95}, \%$
	От 0.1 до 0.5 вкл.	28
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 разделу 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:

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

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

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

Примечание: Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения:

$\Delta_l = 0,84\Delta$, 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 K_k с нормативом контроля K_d .

11.1.1 Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | \bar{X}' - \bar{X} - C |, \text{ где}$$

\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 g . Значение g 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 g . Значение g приведено в таблице 4;

C – величина добавки.

11.1.2. Норматив контроля K_d рассчитывают по формуле

$$K_d = \sqrt{(\Delta_n \bar{X}')^2 + (\Delta_n \bar{X})^2},$$

где $\Delta_n \bar{X}'$, $\Delta_n \bar{X}$ - 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.

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

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

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

11.1.3 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$K_k \leq K_d$$

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_k с нормативом контроля K .

11.2.1 Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = | \bar{X} - C |,$$

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 g . Значение g приведено в таблице 4;

C – аттестованное значение образца для контроля.

11.2.2 Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n,$$

где Δ_n – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля, $\Delta_n = 0.01 \delta_n C$.

Значения δ_n установлены в лаборатории.

11.2.3 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$K_k \leq K$$

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
(Росстандарт)

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
природных и сточных вод,
область использования

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
этиленгликоля и диэтиленгликоля в природных и сточных водах методом газовой
хроматографии», издание 2011 г., на 12 листах.

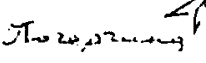
Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

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 (принадлежит) 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

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) 350-26-19, E-mail: unim@unim.ru

МЕТРОН

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 222.0168 /01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номерметодика измерений массовых концентраций этиленгликоля и диэтиленгликоля
в природных и сточных водах методом газовой хроматографии
на 1 листе

Показатели точности измерений приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 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 ² , 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

Хорова

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 увеличением предела воспроизводимости (R) в среднем не более 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.