

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ,  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ «Федеральный  
центр анализа и оценки техноген-  
ного воздействия на окружающую  
среду»



Цветков

“27”

2005 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ ДОЛИ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ПРОБАХ  
ПОЧВ, ОСАДКАХ СТОЧНЫХ ВОД И ОТХОДОВ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ  
С ХРОМОТРОПОВОЙ КИСЛОТОЙ

ПНД Ф 16.1:2.3:3.45-05

Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля

МОСКВА  
2005 г.

Право тиражирования и реализации принадлежит ФГУ «ФЦАО»

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

## НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений содержания формальдегида в пробах почв, осадков сточных вод и отходов фотометрическим методом.

Диапазон измерения массовой концентрации формальдегида для почв от 0,05 до 5,0 мг/кг, для отходов и осадков сточных вод – от 0,05 до 100 мг/кг.

Определению мешают диметилдиоксан и уротропин, т.к. в процессе загрязнения растворов в сильнокислой среде происходит их гидролиз, приводящий к образованию формальдегида. Поэтому данный метод позволяет определить лишь сумму свободного и связанного формальдегида. Определению мешает ацетальдегид (в концентрациях нескольких граммов в 1 дм<sup>3</sup>), который извлекается при отгонке из почвы и реагирует с хромотроповой кислотой. Остальные альдегиды определению не мешают. Определению не мешает также глиоксаль, уксусная и щавелевые кислоты, ацетон и глицерин.

## 1 ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на извлечении формальдегида из почвы перегонкой с водяным паром в сильнокислой среде и определении при содержании в отгоне фотометрическим методом по цветной реакции с хромотроповой кислотой при длине волны 570 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 - Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости**

Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_k$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P=0.95$ ), $\pm\delta$ , %
<b>Почва</b>			
От 0,05 до 5 вкл.	10	16	32
<b>Отходы, осадки сточных вод</b>			
От 0,05 до 5 вкл.	11	16	32
Св. 5 до 100 вкл.	9	12	24

### **3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

#### **3.1 Средства измерений**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 570 нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм

Весы лабораторные аналитические, общего назначения типа ВЛР-200 ГОСТ 24104-2001

Гири ГОСТ 7328-2001

Пипетки градуированные вместимостью 2, 5, 10 см<sup>3</sup> ГОСТ 29227-91

Колбы мерные 1-250-2, 1-100-2 ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные вместимостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770-74
Государственный стандартный образец (ГСО) со- става раствора формальдегида 1 мг/см <sup>3</sup> с относи- тельной погрешностью аттестованного значения не более 1%	ГСО 1625-89
Пробирки термостойкие вместимостью 50 см <sup>3</sup> с меткой 20 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770-74

### 3.2 Вспомогательное оборудование, посуда

Плитка электрическая с регулятором температу- ры и закрытой спиралью	ГОСТ 14919-83
Водяная баня	ТУ 46-22-606-75
Сушильный шкаф (до 200°C)	ТУ 50-239-84
Колбы конические Кн –1–200	ГОСТ 25336-82
Перегонный аппарат с колбой для перегонки ём- костью 500 см <sup>3</sup> , насадки с капельной воронкой и прямым холодильником, все соединения на шли- фах	ГОСТ 25336-82

### 3.3 Реактивы и материалы

Кислота серная х.ч.	ГОСТ 4204-77
Соль натриевая хромотроповой кислоты ч.д.а.	ТУ 6-09-50-2312
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72

*Примечание:* Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

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 реагентами 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  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ;

относительная влажность воздуха не более 80 % при  $t = 25^\circ\text{C}$ ;

напряжение питания электросети  $(220 \pm 22)$  В;

частота переменного тока  $(50 \pm 1)$  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», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность» или другими нормативными документами, утвержденными и применяемыми в установленном порядке.

Для определения формальдегида в почве взвешивают 50 г или 100 г в зависимости от ее структуры. Если почва легкая, то отбирают 50 г, иначе будет сильное всепенивание и выброс реакционной массы из колбы в отгон.

Для анализа отходов и осадков сточных вод отбирают от 2,5 до 50 г пробы в зависимости от предполагаемого содержания формальдегида.

Допускается хранение проб не более суток в холодильнике при температуре от 0°C до 5°C, но лучше приступать к анализу немедленно.

## 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 Натриевая соль хромотроповой кислоты, 2% раствор

Растворяют 1 г натриевой соли хромотроповой кислоты в дистиллированной воде, фильтруют через небольшой складчатый фильтр и фильтрат доводят дистиллированной водой до 50 см<sup>3</sup>.

Применяют всегда свежеприготовленный раствор.

#### 8.2.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочный раствор №1 с концентрацией 0,01 мг/см<sup>3</sup> формальдегида готовят соответствующим разбавлением ГСО раствора формальдегида дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре 2-5°C – 1 месяц.

Градуировочный раствор №2 с концентрацией 0,001 мг/см<sup>3</sup> формальдегида готовят соответствующим разбавлением градуировочного раствора №1 дистиллированной водой. Раствор используют свежеприготовленным.

При отсутствии ГСО градуировочные растворы можно приготовить из 40% раствора формальдегида (см. Приложение А).

### 8.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией формальдегида от 0 до 0,25 мг/дм<sup>3</sup>. 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 формальдегида.

**Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки при определении формальдегида**

N	Концентрация формальдегида, мг/250 см <sup>3</sup>	Объем градуировочного раствора №1, см <sup>3</sup>	Объем градуировочного раствора №2, см <sup>3</sup>	Объем колбы, см <sup>3</sup>
1	0,00	0,0	0,0	100
2	0,0125		5,0	100
3	0,025		10,0	100
4	0,050	2,0		100
5	0,100	4,0		100
6	0,150	6,0		100
7	0,200	8,0		100
8	0,250	10,0		100

Образцы для градуировки (табл.2) разбавляют свежеперегнанной дистиллированной водой до метки.

В ряд пробирок набирают по  $5\text{ см}^3$  стандартных растворов и далее поступают как при анализе пробы (п.9.2). По показаниям спектрофотометра строят калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации формальдегида при длине волны 570 нм.

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 месяц или при смене основных реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в табл. 2).

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

$$|X - C| \leq 1,96 \cdot 0,01 \cdot C \cdot \sigma_{R_s},$$

где  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в образце для градуировки, мг;

$C$  – аттестованное значение массовой концентрации формальдегида в образце для градуировки, мг;

$\sigma_{R_s}$  – 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:  $\sigma_{R_s} = 0,84 \cdot \sigma_R$ , с

последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения  $\sigma_R$  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 нестабильности градуировочной характеристики и повторяют ее контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

### 8.5 Определение влажности пробы

Определение влажности в пробе проводят по ГОСТ 28268-89 «Почвы. Методы определения влажности, максимально гигроскопической 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

9.1 Навеску пробы помещают в колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$  и приливают  $300 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Колбу помещают в колбонагреватель, присоединяют холодильник и проводят отгонку. Одновременно проводят определение влаги в почве. Содержимое колбы необходимо периодически перемешивать, чтобы почва в колбе не прилипла. Когда в приёмник отгонится  $130\text{--}150 \text{ см}^3$  дистиллята, перегонную колбу охлаждают, добавляют ещё  $100 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и продолжают перегонку до тех пор, пока объём дистиллята не составит около  $230 \text{ см}^3$ . Дистиллят переносят в мерную колбу на  $250 \text{ см}^3$  и разбавляют дистиллированной водой до метки.

9.2 В термостойкие пробирки наливают 5 см<sup>3</sup> дистиллята, 0,5 см<sup>3</sup> 2% раствора натриевой соли хромотроповой кислоты, постепенно добавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и осторожно перемешивают. Пробирки помещают в кипящую водяную баню на 10 минут. Затем содержимое пробирок охлаждают и разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup>. Снова перемешивают раствор и фотометрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 50 мм при длине волны 570 нм. Одновременно ставят холостой опыт, проводя его через все стадии анализа. Раствором сравнения служит свежеперегнанная дистиллированная вода.

## 10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию формальдегида в почве X (мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(C - C_0) * 1000}{m},$$

где С – содержание формальдегида, найденное по градуировочному графику, мг;

C<sub>0</sub> – содержание формальдегида в холостом опыте, мг;

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

1000-коэффициент пересчёта на 1 кг почвы (отхода).

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 при вероятности Р=0,95**

Диапазон измерений, мг/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
Почвы	
От 0,05 до 5 вкл.	45
Отходы, осадки сточных вод	
От 0,05 до 5 вкл.	45
Св. 5 до 100 вкл.	34

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:  $X \pm \Delta$ , Р=0,95,  
где  $\Delta$  - показатель точности методики.

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

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

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

$\pm \Delta_s$  - 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).

**Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода варьирования навески**

Образцами для контроля являются рабочие пробы.

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

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле

$$K_k = |X' - X|,$$

где  $X'$  – результат измерения массовой концентрации формальдегида в исходной (рабочей) пробе;

$X$  – результат измерения массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

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

где  $\Delta_{s,X'}$ ,  $\Delta_{s,X}$  – установленные в лаборатории при реализации методики значения характеристики погрешности результатов измерений массовой концентрации формальдегида 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:  $\Delta_d = 0,84 \cdot \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (1)$$

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.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

### Приготовление градуировочных растворов из 40% раствора формальдегида

#### A.1 Реактивы

- Формалин (40% раствор формальдегида)
- Йод, ГОСТ 4159-79 или
- стандарт-титр 0,05 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента
- Натрий гидроксид, ГОСТ 4328-77
- Кислота соляная, ГОСТ 3118-77
- Натрия тиосульфат, ГОСТ 27068-86 или
- стандарт-титр, 0,1 моль/дм<sup>3</sup> эквивалента, ТУ-6-09-01-313
- Крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76

#### A.2 Приготовление. Установление истинного содержания Формальдегида

В мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят 5 см<sup>3</sup> формалина и доводят дистиллированной водой до метки. Истинное содержание формальдегида в основном растворе устанавливают следующим образом: 5 см<sup>3</sup> раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> с притёртой пробкой, приливают 20 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода и по каплям вносят 30% раствор натрия гидроксида до появления устойчивой бледно-жёлтой окраски. Колбу оставляют на 10 минут, затем осторожно добавляют 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:5), оставляют на 10 минут в темноте и оттитровывают избыток йода 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором тиосульфата натрия.

Когда раствор станет светло-жёлтым, прибавляют несколько капель крахмала. Предварительно устанавливают количество тиосульфата натрия, расходуемое на титрование 20 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода. По разности количества тиосульфата, израсходованного на контрольное титрование, и избытка йода устанавливают количество йода, котороешло на окисление формальдегида. 1 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода соответствует 1,5 мг формальдегида. Определив концен-

трацию формальдегида в растворе, соответствующим разбавлением дистиллированной водой готовят исходный градуировочный раствор, содержащий 100 мкг/ см<sup>3</sup> вещества.

Срок хранения раствора не более 10 дней при температуре 4°C.

Рабочий градуировочный раствор концентрацией 0,001 мг/см<sup>3</sup> готовят соответствующим разбавлением исходного раствора. Раствор используют свежеприготовленным.



0173

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 224.03.03.105 / 2005

Методика выполнения измерений массовой доли формальдегида в пробах почв, осадков  
наименование измеряемой величины; объекта  
сточных вод и отходов фотометрическим методом с хромотроповой кислотой  
разработанная Сетевой лабораторий анализа и мониторинга МПР России по Новгородской области  
наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ  
и регламентированная в ПНД Ф 16.1:2.3:3.45-05  
обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов

по разработке методики выполнения измерений

внешних 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.

данных 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

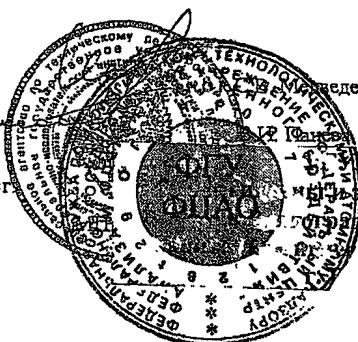
Зав.лабораторией

Дата выдачи:

27.06.2005г.

Срок действия:

-



**Приложение к свидетельству № 224.03.105 /2005  
об аттестации методики выполнения измерений  
массовой доли формальдегида в пробах почв, осадков сточных вод и отходов  
фотометрическим методом с хромотроповой кислотой**

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

Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности Р=0.95), $\pm b$ , %
Почвы			
От 0.05 до 5 вкл.	10	16	32
Отходы, осадки сточных вод			
От 0.05 до 5 вкл.	11	16	32
Св. 5 до 100 вкл.	9	12	24

**2. Значения предела воспроизводимости при вероятности Р=0.95**

Диапазон измерений, мг/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R, %
Почвы	
От 0.05 до 5 вкл.	45
Отходы, осадки сточных вод	
От 0.05 до 5 вкл.	45
Св. 5 до 100 вкл.	34

**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 регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории