

**МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ  
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

"УТВЕРЖДАЮ"



Заместитель Министра

В. Ф. Костин

*Карта* 1996 г.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ  
НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОДАХ  
МЕТОДОМ КОЛОНОЧНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ СО  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ ОКОНЧАНИЕМ.**

**ПНД Ф 14.1:2.62—96**

**Методика допущена для целей государственного экологического контроля.**

Москва 1996 г.  
(издание 2004 г.)

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.032/2004 в МВИ внесены изменения (Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004 г.).

## ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений содержаний нефтепродуктов в природных и очищенных сточных водах методом колоночной хроматографии со спектрофотометрическим окончанием при массовых концентрациях нефтепродуктов от 0,02 до 2,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ других классов, устраняются в ходе анализа (п.9).

## 1. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения массовой концентрации нефтепродуктов основан на извлечении нефтепродуктов из анализируемых вод органическим растворителем, отделении от полярных соединений других классов колоночной хроматографией на оксиде алюминия и количественном определении по интенсивности светопоглощения в ультрафиолетовой области спектра.

## 2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости)σ <sub>r</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости)σ <sub>R</sub> , %
от 0,02 до 0,025 вкл.	48	14	19
св. 0,025 до 0,25 вкл.	40	11	16
св. 0,25 до 2,0 вкл.	24	8	10

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.

### **3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ**

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, оборудование и материалы:

#### **3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование**

Спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны  $\lambda = 270$  нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Вентилятор комнатный типа ВН10-УЧ, ГОСТ 7402.

Термометр КШ-14/23, ГУ 25-2021.007-88.

ГСО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице, ГСО  
7117

#### **3.2. Посуда**

Воронка ВД-1; 3-1000 ХС, ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-1000, ГОСТ 1770.

Мензурка 100, ГОСТ 1770.

Колба КН-50, ГОСТ 19908.

Стаканчики для взвешивания (бюксы), ГОСТ 25336.

Пробирки 2-5,

10-0, 1 ХС, ГОСТ 1770

Стакан НН-50;

100, ГОСТ 19908.

Колбы 2-25-2, ГОСТ 1770.

Пипетки мерные с делениями 0,1 см<sup>3</sup>, 4(5)-2-1(2);

6(7)-1-5(10);

3-1-50, ГОСТ 29227<sup>а</sup>.

Бутыли с притертыми пробками для отбора проб.

Колонка с оксидом алюминия.

### 3.3. Реактивы

Гексан, ТУ 6-09-3375.

Углерод четыреххлористый, ГОСТ 20288.

Хлороформ, **ГОСТ 20015<sup>с</sup>**.

Алюминий оксид, ТУ 6-09-3916.

Натрий серноокислый, ГОСТ 4166.

Кислота соляная, ГОСТ 3118.

Кислота серная, ГОСТ 4204.

Все реактивы должны быть квалификации не ниже х.ч.

## 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

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

## 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

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

## 6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ;

атмосферное давление  $(84,0-106,7)$  кПа  $(630-800)$  мм.рт.ст);

относительная влажность  $(80 \pm 5)\%$ ;

напряжение сети  $(220 \pm 10)$  В;

частота переменного тока  $(50 \pm 1)$  Гц.

## 7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями **ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб"**<sup>а</sup>.

7.1. Пробы воды для параллельных определений отбирают в отдельные стеклянные емкости с притертыми пробками. Пробу для одного определения используют полностью. Если определение нефтепродуктов в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2-4 см<sup>3</sup> экстрагента (четырёххлористый углерод, хлороформ) на 1 дм<sup>3</sup> воды. Законсервированные пробы могут храниться в течение двух недель.

При определении нефтепродуктов методом колоночной хроматографии со спектрофотометрическим окончанием объем пробы должен составлять 1 дм<sup>3</sup>.

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

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

## 8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

### 8.1. Подготовка прибора

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

8.1.2. Колонка с оксидом алюминия представляет собой стеклянную трубку длиной 10 см и диаметром 0,7-1,0 см с оттянутым нижним концом диаметром 0,1 см. В трубку помещают стеклянную вату слоем 0,5 см, затем 2-3 см слоя оксида алюминия (приблизительно 1 г) и снова стеклянную вату. В качестве колонки можно использовать обычную пипетку, градуированную на 10 см<sup>3</sup>. Слой оксида алюминия в 2-3 см достаточно для поглощения 50-100 мг полярных соединений. Оксид алюминия в колонке меняют после каждой пробы. Использованный оксид алюминия можно регенерировать промыванием его четыреххлористым углеродом или хлороформом, испарением растворителя и последующим прокаливанием при 300-400°C в течение 4 ч.

ПНД Ф 14.1:2.62-96 <sup>а</sup>Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.

## 8.2. Приготовление градуировочного раствора нефтепродуктов

Готовят из нефтепродуктов, выделенных из серии проанализированных проб.

Для этого, после завершения эксперимента, экстракты объединяют, порциями переносят во взвешенный стакан емкостью 50 см<sup>3</sup> и испаряют гексан под вентилятором. Навеску 0,01 г выделенных таким образом "числых" нефтепродуктов растворяют в гексане в мерной колбе на 100 см<sup>3</sup>.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг нефтепродуктов.

Если выделенные из исследуемой воды нефтепродукты не используются сразу, а сохраняются то, возможно, их окисление, и тогда для приготовления градуировочного растворов необходима их очистка. Для этого 1 г нефтепродуктов растворяют в 20 см<sup>3</sup> гексана, пропускают последовательно через две колонки с 2 г оксида алюминия каждая, промывая колонки 2-3 раза порциями гексана по 5 см<sup>3</sup>.

Прошедший через вторую колонку раствор собирают в стаканчик (бюкс), гексан испаряют под вентилятором. После полного испарения гексана стаканчик взвешивают на аналитических весах до достижения постоянной массы.

## 8.3. Построение градуировочного графика

Для работы удобно иметь два градуировочных графика, т.к. содержание нефтепродуктов в очищенных сточных и природных водах колеблется от сотых долей мг/дм<sup>3</sup> до целых мг/дм<sup>3</sup>.

Для построения первого градуировочного графика в градуировочные пробирки вносят 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 см<sup>3</sup> градуировочного раствора нефтепродуктов (п.8.2), доводят объем до 5 см<sup>3</sup> гексаном, перемешивают. Масса нефтепродуктов в полученных растворах равна 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 мг.

Для построения второго градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см<sup>3</sup> градуировочного раствора нефтепродуктов (п.8.2) и доводят объем до метки гексаном, перемешивают. Масса нефтепродуктов в полученных растворах равна 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0 мг.

Через 0,5 часа измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны  $\lambda=270$  нм в кюветках с толщиной слоя 10 мм согласно инструкции по эксплуатации прибора. В качестве раствора сравнения используют гексан. Берут средний результат оптической плотности из трех измерений.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации.

Строят градуировочный график в координатах оптическая плотность-масса нефтепродуктов в мг.

Построение градуировочного графика возможно с использованием ГСО 7117 в соответствии с инструкцией по применению.

#### 8.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене основных реактивов, но не реже одного раза в месяц. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов).

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

$$| X - C | \leq 1,96 \sigma_{R_n},$$

где  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в образце для градуировки;

$C$  – аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов в образце для градуировки;

$\sigma_{R_n}$  – 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:  $\sigma_{R_n} = 0,84 \sigma_R$ , 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 контроль ее стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график

## 9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ других классов, устраняются в ходе анализа: одни остаются нерастворимыми в гексане, другие (фенолы, нафтеновые кислоты) сорбируются оксидом алюминия.

## 10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и очищенных сточных вод выполняют следующие операции:

1 дм<sup>3</sup> исследуемой пробы воды (точно фиксированный объем), содержащей 0,02-2,0 мг нефтепродуктов, переносят в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3-4 и экстрагируют порцией 20 см<sup>3</sup> четыреххлористого углерода или хлороформа в течение 10 минут.

*(Склянку, в которой находилась проба, ополаскивают растворителем, который используется для экстракции).*

После расслоения фаз (через 10 мин.) экстракт сливают в колбу емкостью 50 см<sup>3</sup>. Экстракт высушивают сульфатом натрия, который добавляют в количестве, необходимом для полного поглощения влаги. Обезвоженный экстракт сливают, не допуская попадания влаги, в стакан емкостью 50 см<sup>3</sup>, заполнив его на 3/4 объема. Стакан с экстрактом помещают в вытяжной шкаф на расстоянии 50-60 см от вентилятора и испаряют растворитель. Колбу промывают двумя порциями (по 3 см<sup>3</sup>) растворителя, который переносят в тот же стакан. Растворитель испаряют до объема экстракта 0,5 см<sup>3</sup>, после чего испарение продолжают без вентилятора.

Остаток в стакане, после полного испарения растворителя, растворяют в 5 см<sup>3</sup> гексана. Полученный раствор осторожно, избегая потерь, пропускают через колонку с оксидом алюминия, собирая элюат в мерную колбу на 25 см<sup>3</sup>. Стакан и колонку промывают четырьмя порциями гексана по 5 см<sup>3</sup>.

Уровень жидкости в колонке до прибавления последней порции гексана не должен опускаться ниже верхней границы слоя оксида алюминия. Объем элюата в колбе доводят до метки гексаном, перемешивают.

Через 0,5 часа измеряют оптическую плотность элюата на спектрофотометре. Содержание нефтепродуктов находят по второму градуировочному графику.



При содержании нефтепродуктов  $< 0,1 \text{ мг/дм}^3$  используют первый градуировочный график. Для этого весь элюат количественно переносят в стакан емкостью  $50 \text{ см}^3$ , испаряют гексан до объема 2-3  $\text{см}^3$  и количественно переносят в градуированную пробирку. Доводят гексаном объем до  $5 \text{ см}^3$  и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре.

## 11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание нефтепродуктов  $X \text{ (мг/дм}^3\text{)}$  рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{M \cdot 1000}{V},$$

где  $M$  - масса нефтепродуктов, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  - объем исследуемой пробы,  $\text{дм}^3$ .

За результат анализа  $X_{cp}$  принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq r \cdot (X_1 + X_2)/200 \quad (1)$$

где  $r$  - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела повторяемости при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, $\text{мг/дм}^3$	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
от 0,02 до 0,025 вкл.	39
св. 0,025 до 0,25 вкл.	31
св. 0,25 до 2,0 вкл.	22

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ПНД Ф 14.1:2.62-96 <sup>а</sup>Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 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 при вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,02 до 0,025 вкл.	53
св. 0,025 до 0,25 вкл.	45
св. 0,25 до 2,0 вкл.	28

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

## 12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

где  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$ .

Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:  $X_{cp} \pm \Delta_n$ ,  $P=0,95$ , при условии  $\Delta_n < \Delta$ ,

где  $X_{cp}$  - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

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

*Примечание.* При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

– способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

### 13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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 анализа с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются образцы, полученные путем внесения таблетки ГСО 7117 (или аналогичного ему по метрологическим характеристикам) состава нефтепродуктов в дистиллированную воду. Приготовление образца и расчет значения содержания нефтепродуктов в образце производится в точном соответствии с Приложением 2 к свидетельству о метрологической аттестации ГСО 7117. Подготовленный образец анализируют в точном соответствии с настоящей методикой. Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = \left| C_{cp} - C \right|$$

где  $C_{cp}$  – результат анализа массовой концентрации нефтепродуктов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

$C$  – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле.

$$K = \Delta_n,$$

где  $\pm \Delta_n$  – характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_n \leq K \quad (2)$$

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.

**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, янв. 224

Факс: (3432) 502-117  
Телефон: (3432) 502-295  
E-mail: [psavva@uzim.ru](mailto:psavva@uzim.ru)

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia

Факс: (3432) 502-117  
Phone: (3432) 502-295  
E-mail: [psavva@uzim.ru](mailto:psavva@uzim.ru)

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.11.033 / 2004  
CERTIFICATE**

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в природных и очищенных сточных водах методом колонной хроматографии со спектрофотометрическим окончанием.

разработанная ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (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, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>p</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>v</sub> , %
от 0.02 до 0.025 вкл.	48	14	19
св. 0.025 до 0.25 вкл.	40	11	16
св. 0.25 до 2.0 вкл.	24	8	10

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.02 до 0.025 вкл.	39	53
св. 0.025 до 0.25 вкл.	31	45
св. 0.25 до 2.0 вкл.	22	28

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 по методике выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов измерений принимаемых на контроль регламентированы в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004

Зам. директора по научной работе

