
МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)**

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**РД
52.18.906–
2021**

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ
СОЕДИНЕНИЙ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ,
ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД**

**Методика измерений методом равновесного пара
с помощью хромато-масс-спектрометрии**

Обнинск
2022

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Д.П. Самсонов, канд. хим. наук; Г.М. Хомушку, канд. хим. наук; В.В. Прилагова; А.И. Кочетков; А.Г. Пантюхина; Н.И. Колесникова; А.С. Гусаров

3 СОГЛАСОВАН с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 03.12.2021 № 420

5 АТТЕСТОВАН ФГУП «ВНИИМС».

Свидетельство об аттестации методики измерений от 25.12.2020 № 205-11/ RA.RU/311787/2020

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации ФГБУ «НПО «Тайфун» 14.12.2021

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА РД 52.18.906–2021

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2030 год.

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 10 лет

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	3
3 Термины и определения	5
4 Требования к показателям точности измерений	6
5 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам	10
5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства	10
5.2 Реактивы и материалы	12
6 Метод измерений	13
7 Требования безопасности, охраны окружающей среды	13
8 Требования к квалификации операторов	14
9 Требования к условиям измерений	14
10 Отбор и хранение проб	15
11 Подготовка к выполнению измерений	15
11.1 Подготовка посуды и растворов	15
11.2 Приготовление промежуточных градуировочных растворов летучих органических соединений и растворов внутреннего стандарта	15
11.3 Приготовление градуировочных растворов летучих органических соединений	16
11.4 Подготовка к проведению градуировочных измерений	18
11.5 Проведение градуировочных измерений	19
11.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики	21
12 Порядок проведения измерений	22
12.1 Подготовка проб воды для анализа	22
12.2 Выполнение измерений	23
13 Обработка результатов измерений	26
14 Оформление результатов измерений	26
15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории	27

РД 52.18.906–2021

15.1 Общие положения.....	27
15.2 Контроль лабораторной холостой пробы	27
15.3 Оперативный контроль повторяемости	28
15.4 Оперативный контроль погрешности измерений методом добавок ...	28
15.5 Алгоритм контроля внутрилабораторной прецизионности	29
Приложение А(справочное).....	31
Приложение Б(справочное).....	33
Библиография	35

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ
В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД
Методика измерений методом равновесного пара с помощью
хромато-масс-спектрометрии**

Дата введения – 2022–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации летучих органических соединений (ЛОС) – ароматических и галогенпроизводных углеводородов, перечисленных в таблице 1, в пробах питьевых, природных и сточных вод (далее – пробы) методом равновесного пара с помощью хромато-масс-спектрометрии.

1.2 Диапазон измерения массовой концентрации ЛОС в пробах питьевых, природных и сточных вод составляет от 0,05 до 50 мкг/дм³.

1.3 Настоящий руководящий документ предназначен для применения в лабораториях, осуществляющих наблюдения за загрязнением питьевых, природных и сточных вод.

Т а б л и ц а 1 – Перечень предельно допустимых концентраций и диапазон измерений определяемых ЛОС

Номер	Наименование определяемого соединения	Диапазон измеряемых значений, мкг/дм ³	Предельно-допустимые концентрации ПДК* _{пит. хозбыт.} / ПДК** _{р.х.} , мкг/дм ³
1	Бензол	От 0,05 до 50,0 включ.	1/500
2	Метилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	24/500
3	Этилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / 1
4	1,2 диметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- /50
5	1,3 диметилбензол 1,4 диметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- /-
6	Сумма диметил-бензолов	От 0,05 до 50,0 включ.	50/-
7	Пропилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	200 / -
8	Изопропилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	100 / 100
9	1,2,4 триметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / 500
10	1,3,5 триметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / 500
11	стирол	От 0,05 до 50,0 включ.	20 / 100
12	Дихлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	20/9400
13	Трихлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	60 / 5
14	Тетрахлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	2 / 1
15	1,1-дихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
16	1,2-дихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	3 / 100
17	1,1-дихлорэтэн	От 0,05 до 50,0 включ.	30/ -
18	Транс 1,2-дихлорэтэн	От 0,05 до 50,0 включ.	50 / -
19	Цис 1,2-дихлорэтэн	От 0,05 до 50,0 включ.	50 / -
20	1,1,1-трихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
21	1,1,2-трихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
22	Трихлорэтен	От 0,05 до 50,0 включ.	5 / 10
23	2,2 дихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
24	1,2 дихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	20/50
25	1,3 дихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
26	Цис 1,3 дихлорпропен	От 0,05 до 50,0 включ.	20 / 5
27	Транс1,3 дихлорпропен	От 0,05 до 50,0 включ.	20 / -
28	1,2,3 трихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	70 /5
29	Тетрахлорэтен	От 0,05 до 50,0 включ.	5 / 160
30	1,1,1,2 тетрахлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	-/ 10
31	1,1,2,2 тетрахлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / 50
32	Хлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	20 / 1
33	1,2-дихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	2 / -
34	1,3-дихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	2/ -
35	1,4-дихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	2 / -
36	1,2,3 трихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	30 / -
37	1,2,4 трихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	30 / -
38	Бромбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / 0,1
39	Бромхлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	30 / -

Окончание таблицы 1

Номер	Наименование определяемого соединения	Диапазон измеряемых значений, мкг/дм ³	Предельно-допустимые концентрации ПДК* _{пит. хозбыт.} / ПДК** _{р.х.} , мкг/дм ³
40	Бромдихлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	30 / -
41	Дибромхлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	30 / -
42	Трибромметан	От 0,05 до 50,0 включ.	100 / -
43	1,2 дибромэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
44	Дибромметан	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
45	Бутилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	100 / -
46	Изобутилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
47	Третбутилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
48	2-хлортолуол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
49	4-хлортолуол	От 0,05 до 50,0 включ.	- / -
50	Гексахлорбутадиен	От 0,05 до 50,0 включ.	0,6 / -
51	Нафталин	От 0,05 до 50,0 включ.	10 / 4

ПДК*_{пит.хозбыт.} – предельно допустимые концентрации в воде вод по [1].

ПДК**_{р.х.} – предельно допустимые концентрации в водах водных объектов рыбохозяйственного значения по [2].

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019–2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003–91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

РД 52.18.906–2021

ГОСТ 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05–85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603–79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4220–75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 5962–2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9337–79 Натрий фосфорнокислый 12-водный. Технические условия

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169–91(ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861–2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

РМГ 76–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- нормативных документов по метрологии – по ежегодно издаваемому «Перечню нормативных документов в области метрологии», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

Если ссылочный нормативный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 промежуточный раствор: Раствор с известной массовой концентрацией ЛОС, который используется для приготовления рабочих градуировочных растворов.

3.2 градуировочный раствор: Раствор с известной массовой концентрацией ЛОС, который готовится разбавлением промежуточного градуировочного раствора и используется для построения градуировочной характеристики.

3.3 проба: Вода, отобранная для анализа.

3.4 холостая проба: Проба воды, проходящая все стадии анализа, что и реальная проба, но не содержащая определяемые соединения.

3.5

единичное определение: Однократное проведение всей последовательности операций, предусмотренной методикой анализа вещества или материала объекта аналитического контроля

[ГОСТ Р 52361–2018, статья 24]

3.6

параллельные определения: Серия единичных определений, выполненных в условиях повторяемости

[ГОСТ Р 52361–2018, статья 25]

3.7

результат измерений: Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений

[ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, статья 3.2]

4 Требования к показателям точности измерений

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и её составляющих) результатов измерений ЛОС для соответствующих диапазонов измерений не превышает значений, приведённых в таблицах 2, 3.

Т а б л и ц а 2 – Метрологические характеристики для питьевой воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерения массовой концентрации ЛОС, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %
Бензол	От 0,05 до 50,0 включ.	12	15	33
Метилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Этилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
1,2 диметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
1,3 диметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	13	16	35
1,4 диметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.			

Окончание таблицы 2

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерения массовой концентрации ЛОС, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %
Пропилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	13	16	35
Изопропилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,2,4 триметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,3,5 триметилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
Стирол	От 0,05 до 50,0 включ.	8	10	23
Дихлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
Трихлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	12	15	33
Тетрахлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
1,1-дихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
1,2-дихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,1-дихлорэтэн	От 0,05 до 50,0 включ.	8	10	23
Транс 1,2-дихлорэтэн	От 0,05 до 50,0 включ.	7	9	21
Цис 1,2-дихлорэтэн	От 0,05 до 50,0 включ.	13	16	35
1,1,1-трихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,1,2-трихлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Трихлорэтен	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
2,2 дихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
1,2 дихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
1,3 дихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Цис 1,3 дихлорпропен	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Транс 1,3 дихлорпропен	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,2,3 трихлорпропан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
Тетрахлорэтен	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,1,1,2 тетрахлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,1,2,2 тетрахлорэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	14	30
Хлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
1,2-дихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,3-дихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
1,4-дихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
1,2,3 трихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
1,2,4 трихлорбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	8	10	23
Бромбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	8	10	23
Бромхлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	8	10	23
Бромдихлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
Дибромхлорметан	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
Трибромметан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
1,2 дибромэтан	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
Дибромметан	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Бутилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Изобутилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	9	12	25
Третбутилбензол	От 0,05 до 50,0 включ.	11	14	30
2-хлортолуол	От 0,05 до 50,0 включ.	8	10	23
4-хлортолуол	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
Гексахлорбутадиен	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28
Нафталин	От 0,05 до 50,0 включ.	10	13	28

Т а б л и ц а 3 – Метрологические характеристики для природной и сточной воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерения массовой концентрации ЛОС, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ , %		Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %		Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %	
		Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода
Бензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	12	12	15	25	33
Метилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	7	14	9	17	21	37
Этилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	11	12	15	25	33
1,2 диметилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	6	12	8	15	18	33
1,3 диметилбензол 1,4 диметилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	13	15	16	18	35	39
Пропилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	11	14	14	30	30
Изопропилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	13	15	15	33	33
1,2,4 триметилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	12	12	16	25	35
1,3,5 триметилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	12	14	15	30	33
Стирол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	14	12	17	25	37
Дихлорметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	12	13	15	28	33
Трихлорметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	13	13	16	16	35	35
Тетрахлорметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	12	13	15	28	33
1,1-дихлорэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	14	12	17	25	37
1,2-дихлорэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	12	12	15	15	33	33
1,1-дихлорэтэн	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	13	12	16	25	35
Транс 1,2-дихлорэтэн	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	13	12	16	25	35
Цис 1,2-дихлорэтэн	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	10	13	13	28	28
1,1,1-трихлорэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	11	13	14	28	30
1,1,2-трихлорэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	12	12	15	25	33
2,2 дихлорпропан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	12	13	15	28	33
1,2 дихлорпропан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	15	14	18	30	39

Продолжение таблицы 3

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерения массовой концентрации ЛОС, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ , %		Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %		Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %	
		Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода
1,3 дихлорпропан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	14	12	17	25	37
Цис 1,3 дихлорпропен	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	13	12	16	25	35
Транс1,3 дихлорпропен	От 0,05 до 50 ,0 включ.	12	12	15	15	33	33
1,2,3 трихлорпропан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	11	14	14	30	30
Тетрахлорэтен	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	15	13	18	28	39
1,1,1,2 тетрачлорэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	15	13	15	28	33
1,1,2,2 тетрачлорэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	15	12	18	25	39
Хлорбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	11	14	14	30	30
1,2-дихлорбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	13	13	16	28	35
1,3-дихлорбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	14	13	17	28	37
1,4-дихлорбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	12	14	15	30	33
1,2,3 трихлорбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	12	13	15	28	33
1,2,4 трихлорбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	10	12	13	25	28
Бромбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	7	12	9	15	21	33
Бромхлорметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	13	13	16	28	35
Бромдихлорметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	8	13	10	16	23	35
Дибромхлорметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	12	14	15	30	33
Трибромметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	14	14	17	30	37
1,2 дибромэтан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	10	13	13	28	28
Дибромметан	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	13	14	16	30	35
Бутилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	10	10	13	13	28	28
Третбутилбензол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	11	12	14	25	30
2-хлортолуол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	12	12	15	25	33

Окончание таблицы 3

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерения массовой концентрации ЛОС, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ , %		Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %		Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %	
		Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода
4-хлортолуол	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	12	12	15	25	33
Гексахлорбутадиен	От 0,05 до 50 ,0 включ.	11	11	14	14	30	30
Нафталин	От 0,05 до 50 ,0 включ.	9	13	12	16	25	35

5 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1 Хромато-масс-спектрометр Agilent 5977A, состоящий из:

- масс-селективного детектора (масс-спектрометра) модели Agilent 5977A MSD с соотношением сигнала к шуму 1:50 для 10 пг гексахлорбензола; ширине пиков на уровне 10 % высоты – не более 1 а.е.м., Да; среднее квадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала для 100 пг гексахлорбензола по площади пика – не более 10 % ;

- газового хроматографа модели 7890 В, снабжённого капиллярной колонкой DB-624 (6 % цианопропилфенил 94 % диметилполисилоксан) длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, с толщиной слоя плёнки фазы 1,4 мкм; СКО выходного сигнала по времени удерживания для 100 пг гексахлорбензола не более 5 % ;

- установки для парового анализа Headspace Sampler модели Agilent 7697A;

- системы обработки данных на базе персонального компьютера.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение аналогичных хромато-масс-спектрометров, производимых другими фирмами, иных элементов применяемой измерительной системы (хроматографических капиллярных колонок, программ обработки данных и др), позволяющих проводить измерения с необходимой чувствительностью в условиях, приведённых в разделе 12.

5.1.2 Микрошприцы для газовой хроматографии вместимостью 0,010 и 0,1 см³, ценой деления 0,002 см³, пределом основной относительной погрешности не более $\pm 5\%$ и относительным среднеквадратическим стандартным отклонением случайной составляющей погрешности не более 1 % (например SGE-Chromatec-03-100).

5.1.3 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г, максимальная нагрузка 200 г по ГОСТ Р 53228.

5.1.4 Термометр лабораторный, цена деления 1° С, пределы измерения от 0 до 100 °С, II-го класса точности по ГОСТ 28498.

5.1.5 Термометр комнатный по [3].

5.1.6 Пипетки градуированные II-го класса точности вместимостью: 1, 2, 5 и 10 см³ по ГОСТ 29227.

5.1.7 Пипетки с одной отметкой II-го класса точности вместимостью: 1, 2, 5 см³ по ГОСТ 29169.

5.1.8 Колбы мерные исполнения 2 II-го класса точности вместимостью: 25, 50, 100, 250 см³ по ГОСТ 1770.

5.1.9 Стеклянные флаконы (виалы) фирмы Agilent Technology, код по [4] – 9301-0716.

5.1.10 Прокладки тефлоновые фирмы Agilent Technology, код по [5] – 9301-0976.

5.1.11 Крышки алюминиевые фирмы Agilent Technology, код по [6] – 9301-0721.

5.1.12 Скриммер фирмы Agilent Technology, код по [7] – 5040-4669.

5.1.13 Шкаф сушильный типа СНОЛ по [8].

5.1.14 Изотермические контейнеры для хранения отобранных проб Coleman 70 Qt XTREME COOLER BLUE с аккумуляторами холода CW Iceblock 750.

5.1.15 Флаконы для отбора проб из тёмного стекла с завинчивающейся крышкой ёмкостью 0,04 дм³.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведённых в 5.1.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Гелий газообразный, марка А, Б по [9].

5.2.2 Стандартный образец 502\524 Volatile organics calibration фирмы SIGMA - ALDRICH с содержанием 2 мг/см³ всех соединений, указанных в таблице 1 (раствор в метаноле); номер по [10, приложение А – 502111].

5.2.3 Внутренний стандарт (recovery, RIS) 4-бромфторбензол фирмы Acros Organics, код по [11] – 107010100, содержание основного вещества – 98 % .

5.2.4 Внутренний стандарт (recovery, RIS) фторбензол фирмы Acros Organics, код по [12] – 119341000, содержание основного вещества – 99 %.

П р и м е ч а н и е – Внутренние стандарты добавляют в пробу перед вводом образца в инжектор. Допускается использование в качестве этих стандартов других соединений, которые отсутствуют в анализируемом образце и имеют близкие физико-химические свойства, в том числе изотопно-меченых аналогов с содержанием основного вещества не менее 98 %.

5.2.4 Кислота серная по ГОСТ 14262, ос.ч.

5.2.5 Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, х.ч.

5.2.6 Натрий фосфорнокислый 12-водный по ГОСТ 9337, ч.

5.2.7 Спирт этиловый по ГОСТ 5962.

5.2.8 Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

5.2.9 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание – Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией, не ниже указанной в 4.2.

6 Метод измерений

Измерения массовой концентрации ЛОС в пробах выполняют методом равновесного пара с помощью хромато-масс-спектрометрии в режиме регистрации выбранных (основного и подтверждающих) ионов.

Извлечение ЛОС из воды производят путём перевода ЛОС в равновесный пар над пробой воды в герметично закрытом стеклянном флаконе (виале). Непосредственно перед анализом виалы с пробами термостатируют в установке Headspace Sampler модели Agilent 7697A. Аликвота (1 см³) паровой фазы автоматически вводится в хромато-масс-спектрометр.

Идентификацию ЛОС проводят по хроматографическим временам удерживания и отношению площадей основного и подтверждающего иона на ионных масс-фрагментограммах.

Количественное определение ЛОС проводят с использованием метода внутреннего стандарта (фторбензол и 4-бромфторбензол).

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений соблюдаются следующие требования:

а) используемые в работе химические соединения относятся к веществам 1-го и 2-го класса опасности, и при работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005;

б) при выполнении измерений массовой концентрации ЛОС в пробах соблюдают требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.1.019, инструкцией по эксплуатации прибора;

в) помещение, в котором проводят измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009;

г) техника безопасности при работе в испытательной лаборатории должна соответствовать инструкциям, утверждённым в установленном порядке, а также требованиям, изложенным в инструкциях по эксплуатации средств измерений и вспомогательных устройств, применяемых при проведении измерений.

8 Требования к квалификации операторов

8.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, прошедших курс обучения и имеющих опыт работы на хромато-масс-спектрометре, владеющих методом хроматографического анализа, знающих конструкцию, принцип действия и правила эксплуатации данного оборудования.

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

9 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 22 ± 5 ;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) от 84,0 до 106,7
(от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более 80;
- напряжение в сети, В 220 ± 22 ;
- частота переменного тока в сети питания, Гц 50 ± 1 .

10 Отбор и хранение проб

Пробы воды должны быть отобраны в соответствии с требованиями ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ 31861. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ 31861.

Отбор производят в стеклянные герметично закупоривающиеся флаконы из тёмного стекла путём заполнения ёмкости без воздушного пространства. Транспортировку проб производят в охлаждаемых контейнерах при температуре от 2 до 5 °С.

Пробы воды хранят не более 7 суток при температуре от 2 до 5 °С в охлаждаемых контейнерах или холодильнике.

11 Подготовка к выполнению измерений

11.1 Подготовка посуды и растворов

Стеклянную посуду промывают водопроводной водой и замачивают в 10 %-ном растворе тринатрийфосфата на 6-7 ч, затем промывают водопроводной водой, горячей хромовой смесью, ополаскивают водопроводной водой, а затем трижды – дистиллированной водой и сушат при температуре 300 °С в сушильном шкафу.

Мерную посуду сушат суховоздушным способом.

11.2 Приготовление промежуточных градуировочных растворов летучих органических соединений и растворов внутреннего стандарта

11.2.1 Для приготовления раствора А с массовой концентрацией ЛОС 2000 мкг/дм³ (2 мкг/см³) в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят с помощью цилиндра 95 см³ этанола или ацетона. Шприцом вместимостью 100 мм³ вносят 0,1 см³ (100 мм³) стандартного раствора ЛОС. Доводят до

метки этанолом или ацетоном. Полученному раствору А приписывают массовую концентрацию ЛОС 2000 мкг/дм³ (2 мкг/см³).

Промежуточный градуировочный раствор ЛОС хранят в морозильной камере при температуре от минус 10 °С до минус 24 °С в герметично закрывающихся ёмкостях не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 20 минут.

11.2.2 Для приготовления раствора внутренних стандартов Б с массовой концентрацией 4-бромфторбензола (ris) и фторбензола (ris) 200 мг/дм³ (200 мкг/см³) в мерной колбе вместимостью 100 см³ взвешивают по 20 мг 4-бромфторбензола и фторбензола, добавляют с помощью цилиндра 50 см³ этанола или ацетона и перемешивают. Доводят до метки этанолом или ацетоном. Получают раствор Б с концентрацией 4-бромфторбензола (ris) и фторбензола (ris) 200 мг/дм³ (200 мкг/см³).

Срок хранения раствора при температуре от минус 10 °С до минус 24 °С в герметично закрывающихся ёмкостях не более 6 месяцев. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 20 минут.

11.3 Приготовление градуировочных растворов летучих органических соединений

11.3.1 Для приготовления градуировочного раствора № 1 с массовой концентрацией ЛОС 50 мкг/дм³ (0,05 мкг/см³) в мерную колбу вместимостью 50 см³ с помощью градуированной пипетки вместимостью 2 см³ вносят 1,25 см³ раствора А, приготовленного в соответствии с 11.2.1, и доводят до метки дистиллированной водой. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию ЛОС 50 мкг/дм³ (0,05 мкг/см³).

11.3.2 Для приготовления градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией ЛОС 20 мкг/дм³ (0,02 мкг/см³) в мерную колбу вместимостью 100 см³ с помощью пипетки с одной отметкой вместимостью 1 см³ вносят 1,0 см³ раствора А, приготовленного в соответствии с 11.2.1, и доводят до

метки дистиллированной водой. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию ЛОС 20 мкг/дм^3 ($0,02 \text{ мкг/см}^3$).

11.3.3 Для приготовления градуировочного раствора № 3 с массовой концентрацией ЛОС 10 мкг/дм^3 ($0,01 \text{ мкг/см}^3$) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 с помощью градуированной пипетки вместимостью 1 см^3 вносят $0,5 \text{ см}^3$ раствора А, приготовленного в соответствии с 11.2.1, и доводят до метки дистиллированной водой. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию ЛОС 10 мкг/дм^3 ($0,01 \text{ мкг/см}^3$).

11.3.4 Для приготовления градуировочного раствора № 4 с массовой концентрацией ЛОС $5,0 \text{ мкг/дм}^3$ ($0,005 \text{ мкг/см}^3$) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 с помощью пипетки с одной отметкой вместимостью 10 см^3 вносят $10,0 \text{ см}^3$ градуировочного раствора № 1, приготовленного по 11.3.1, и доводят до метки дистиллированной водой. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию ЛОС $5,0 \text{ мкг/дм}^3$ ($0,005 \text{ мкг/см}^3$).

11.3.5 Для приготовления градуировочного раствора № 5 с массовой концентрацией ЛОС $1,0 \text{ мкг/дм}^3$ ($0,001 \text{ мкг/см}^3$) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 с помощью пипетки с одной отметкой вместимостью 2 см^3 вносят $2,0 \text{ см}^3$ градуировочного раствора № 1, приготовленного по 11.3.1, и доводят до метки дистиллированной водой. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию ЛОС $1,0 \text{ мкг/дм}^3$ ($0,001 \text{ мкг/см}^3$).

11.3.6 Для приготовления градуировочного раствора № 6 с массовой концентрацией ЛОС $0,05 \text{ мкг/дм}^3$ ($0,00005 \text{ мкг/см}^3$) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 с помощью пипетки с одной отметкой вместимостью 1 см^3 вносят $1,0 \text{ см}^3$ градуировочного раствора № 4, приготовленного по 11.3.4, и доводят до метки дистиллированной водой. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию ЛОС $0,05 \text{ мкг/дм}^3$ ($0,00005 \text{ мкг/см}^3$).

11.3.7 Приготовленные градуировочные растворы № 1-3 хранят при температуре от минус $10 \text{ }^\circ\text{C}$ до минус $24 \text{ }^\circ\text{C}$ в герметично закрывающихся ёмкостях не более 10 сут., а градуировочные растворы № 4-6 – не более

2 сут. Перед использованием растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 20 минут.

11.4 Подготовка к проведению градуировочных измерений

11.4.1 Подготовка аппаратуры

11.4.1.1 Включают хромато-масс-спектрометр и настраивают в соответствии с руководством по эксплуатации. Рекомендуется непрерывная работа прибора в ходе градуировки и последующих аналитических определений.

11.4.1.2 В начале каждого рабочего дня проверяют настройку хромато-масс-спектрометра по относительной интенсивности основных ионов в масс-спектре калибровочного соединения. Интенсивности пиков должны находиться в диапазоне значений, указанном в описании к прибору. Если они имеют другие значения, повторно настраивают прибор.

11.4.1.3 Проверяют чувствительность прибора при сомнительных результатах измерений или резком уменьшении выходных сигналов по градуировочному раствору с наименьшей массовой концентрацией в условиях, указанных в 11.4.3.2. Отношение сигнала к шуму для определяемого соединения должно быть не менее 10:1.

11.4.1.4 После настройки прибора выполняют его градуировку либо контролируют стабильность коэффициентов чувствительности, установленных при последней градуировке.

11.4.1.5 Масс-спектрометрические условия измерений приведены в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Масс-спектрометрические условия измерений

Параметры режима работы	Значение
Температура интерфейса газовый хромато-масс-спектрометр, °C	180
Энергия электронов, эВ	70
Время регистрации ионов массы 150 - 500 Да, с	1

11.4.1.6 Хроматографические условия измерений зависят от типа колонки и приведены в таблице 5 для капиллярной колонки с неподвижной фазой DB-624. Длина колонки – 30 м, внутренний диаметр – 0,32 мм; толщина плёнки фазы – 1,4 мкм.

Т а б л и ц а 5 – Хроматографические условия измерений

Параметры режима работы	Значение
Скорость газа-носителя (гелий), см ³ /мин	1
Объём вводимой пробы, см ³	0,001
Испаритель, режим работы	Splitless
Время срабатывания клапана испарителя, мин	1
Температура испарителя, °C	200
Начальная температура термостата колонки, °C	40
Выдержка при начальной температуре, мин	1
Скорость нагрева первой ступени, °C/мин	10
Конечная температура, °C	200
Выдержка при конечной температуре, мин	10
Общее время анализа, мин	22

11.4.2 Подготовка градуировочных растворов к измерению

10 см³ каждого градуировочного раствора вносят с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 см³ в стеклянные флаконы вместимостью 20 см³, добавляют микрошприцом вместимостью 0,010 см³ 0,010 см³ раствора Б с массовой концентрацией 4-бромфторбензола и фторбензола 200 мг/дм³ (200 мкг/см³) и выполняют измерения в соответствии с 12.2.

11.5 Проведение градуировочных измерений

11.5.1 При градуировке используют не менее четырёх растворов с различной концентрацией ЛОС, охватывающей рабочий диапазон измерений. При измерениях низких концентраций ЛОС рекомендуется использовать менее концентрированные градуировочные растворы (№ 5, № 6). При больших содержаниях ЛОС используют более концентрированные градуи-

ровочные растворы (№ 4, № 3, № 2). Каждый градуировочный раствор вводят в хроматограф пять раз. Площади пиков одинаковых ЛОС на различных хроматограммах не должны отличаться более чем на 25 %. Далее проводят вычисления по 11.5.2

11.5.2. Получают хромато-масс-фрагментограммы, отвечающие основным ионам ЛОС и внутренних стандартов. Примеры хроматограмм приведены в приложении Б. С помощью программного обеспечения определяют времена удерживания и площади пиков ЛОС – $S_{\text{ЛОС}ij}$ и внутренних стандартов – фторбензола и 4-бромфторбензола $S_{\text{СТ}ij}$ (индекс j относится к различным хроматограммам (вводимым пробам) i -го градуировочного раствора).

Для ЛОС вычисляют RRF_{ij} – относительный коэффициент чувствительности (относительный фактор отклика) и средние значения относительных коэффициентов чувствительности (относительных факторов отклика) $\overline{RRF}$ по формулам (1) и (2):

$$RRF_{ij} = \frac{S_{ij} \cdot C_{\text{СТ}ij}}{S_{\text{СТ}ij} \cdot C_{ij}}, \quad (1)$$

$$\overline{RRF} = \frac{\sum RRF_{ij}}{n}, \quad (2)$$

где S_{ij} и $S_{\text{СТ}ij}$ – площади пиков ЛОС и внутреннего стандарта i -ом градуировочном растворе соответственно;

C_{ij} и $C_{\text{СТ}}$ – массовые концентрации ЛОС и внутреннего стандарта в i -ом градуировочном растворе соответственно, мкг/дм³;

n – общее количество измерений при установлении градуировочной характеристики (количество градуировочных растворов, умноженное на количество параллельных измерений (не менее пяти параллельных измерений для каждого раствора)).

Для соединений 1-31 (таблица 1) при расчётах используется в качестве внутреннего стандарта фторбензол, для соединений 32-51 в качестве внутреннего стандарта используется 4-бромфторбензол.

Относительное стандартное квадратичное отклонение коэффициентов $\overline{RRF}$ - $\overline{S_{RRF_{OTH}}}$, вычисленное по формуле (3), не должно превышать 15 % (n=5)

$$\overline{S_{RRF_{OTH}}} = \frac{100 \cdot \overline{S_{RRF}}}{\overline{RRF}}, \quad (3)$$

где $\overline{S_{RRF}} = \sqrt{\frac{\sum (RRF_{ij} - \overline{RRF})^2}{n-1}}$ – стандартное отклонение коэффициентов RRF .

11.5.2 Градуировку хромато-масс-спектрометра проводят не реже 1 раза в 6 месяцев, а также при смене хроматографической колонки или после ремонта оборудования, повлёкшего за собой изменение условий хроматографирования.

11.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с каждой партией проб.

Выполняют измерения (не менее двух) для одного из градуировочных растворов, концентрации ЛОС в котором близки по величине к концентрациям, определённым для анализируемых экстрактов (при необходимости проводят пробные опыты).

Относительный коэффициент чувствительности, установленный в результате этого измерения, не должен отличаться от значения $\overline{RRF}$, установленного при определении градуировочной характеристики, более чем на 25 %. В противном случае проводят новую градуировку.

Дополнительно контролируют абсолютные значения площадей соответствующих пиков при анализе данного раствора. Изменение этих величин более чем в два раза по сравнению с исходными значениями (при

градуировке) может свидетельствовать о существенном нарушении условий работы прибора, загрязнении хроматографической и масс-спектрометрической частей измерительной системы. Устранение нарушений, очистку хроматографической и масс-спектрометрической частей прибора проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

12 Порядок проведения измерений

12.1 Подготовка проб воды для анализа

12.1.1 В стеклянную вialу вместимостью 20 см³ вносят 10 см³ пробы воды с помощью градуированной пипетки 2-го класса точности вместимостью 10 см³, добавляют микрошприцем вместимостью 0,010 см³ 0,010 см³ раствора Б с массовой концентрацией фторбензола и 4-бромфторбензола 200 мг/дм³ (200 мкг/см³), герметизируют вialу с помощью скриммера тефлоновой прокладкой с алюминиевой крышкой.

12.1.2 В установку Headspace Sampler модели Agilent 7697A помещают вialы в следующем порядке:

- холостая проба – дистиллированная вода, проверенная на отсутствие ЛОС в соответствии с 12.2;
- градуировочные растворы, приготовленные по 11.3;
- холостая проба;
- пробы анализируемой воды, приготовленные по 12.1.1.

Все вialы термостатируются при 80 °С в течение 15 минут.

Аликвота объемом 1 см³ паровой фазы из каждой вialы автоматически отбирается и вводится в хромато-масс-спектрометр. Выполняются измерения проб в соответствии с 12.2.

12.1.3 При получении результатов, превышающих верхнюю точку градуировки, проводят разбавление пробы. Для этого с помощью градуированной пипетки отбирают аликвоту пробы (0,5-5 см³), помещают её в вialу

и добавляют в виалу с помощью градуированной пипетки дистиллированную воду до объёма 10 см³, затем добавляют микрошприцом вместимостью 0,01 см³ 0,01 см³ раствора Б с массовой концентрацией фторбензола и 4-бромфторбензола 200 мг/дм³ (200 мкг/см³), герметизируют виалу с помощью скриммера тефлоновой прокладкой с алюминиевой крышкой. Выполняют измерения проб в соответствии с 12.2.

12.2 Выполнение измерений

12.2.1 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкциями по эксплуатации на установку Headspace Sampler модели Agilent 7697A и хромато-масс-спектрометра Agilent 5977A MSD.

Режим работы установки Headspace Sampler модели Agilent 7697A:

- температура ванны нагревания, °C..... 80;
- температура переходной линии, °C.....180;
- время удерживания пробы, мин..... 15.

12.2.2 Режим работы хромато-масс-спектрометра Agilent 5977A MSD:

- температура инжектора, °C.....200;
- температура интерфейса ГХ/МС, °C.....180;
- температура ионного источника, °C.....220;
- начальная температура колонки, °C.....40.

Колонка хроматографическая капиллярная с неподвижной фазой DB-624. Длина колонки – 30 м, внутренний диаметр – 0,32 мм; толщина плёнки фазы – 1,4 мкм.

При начальной температуре 40 °C колонка выдерживается 1 мин, затем температура повышается с градиентом 10 °C/мин до 200 °C, после чего температура колонки выдерживается при этой температуре 10 минут.

12.2.3 Идентификацию и определение ЛОС проводят при использовании режима селективного детектирования наиболее интенсивных ионов с массой исследуемого соединения М₁.

Относительное (относительно 4-бромфторбензола) время удерживания ЛОС в условиях 12.2.1 и 12.2.2, а также основные и подтверждающие характеристические ионы с массами M_1 и M_2 ЛОС и внутренних стандартов – фторбензола и 4-бромфторбензола приведены в таблице 6.

Т а б л и ц а 6 – Хроматографические и хромато-масс-спектрометрические характеристики ЛОС и внутренних стандартов (фторбензола и 4-бромфторбензола)

Но- мер	Наименование соединения	Относительное время удержива- ния	Масса основ- ного иона M_1 , Да	Масса под- тверждаю- щих ионов M_2 , Да	Теоретическое отношение площадей пиков ионов с массой M_1 и M_2 , Да
1	Бензол	0,539	78	-	-
2	Метилбензол	0,726	91	-	-
3	Этилбензол	0,884	91	106	3,2
4	1,2 диметилбензол	0,941	91	106	2,8
5	1,3 диметилбензол	0,897	91	106	1,6
6	1,4 диметилбензол	0,897	91	106	1,6
7	пропилбензол	1,027	91	120	4,8
8	изопропилбензол	0,981	105	120	4,0
9	1,2,4 триметилбензол	1,090	105	120	2,2
10	1,3,5 триметилбензол	1,048	105	120	1,6
11	Стирол	0,941	104	-	-
12	Дихлорметан	0,343	49	84	1,5
13	Трихлорметан	0,488	83	85	1,6
14	Тетрахлорметан	0,519	117	119	1,1
15	1,1-дихлорэтан	0,406	63	65	3,4
16	1,2-дихлорэтан	0,542	62	64	3,2
17	1,1-дихлорэтэн	0,298	61	98	2,5
18	Транс 1,2-дихлорэтэн	0,369	61	96	1,4
19	Цис 1,2-дихлорэтэн	0,459	61	96	2,1
20	1,1,1-трихлорэтан	0,504	97	99	1,5
21	1,1,2-трихлорэтан	0,768	83	85	1,5
22	Трихлорэтен	0,600	130	132	0,9
23	2,2 дихлорпропан	0,458	77	97	3,1
24	1,2 дихлорпропан	0,622	63	65	3,3
25	1,3 дихлорпропан	0,794	76	78	3,3
26	Цис 1,3 дихлорпропен	0,695	75	77	3,3
27	Транс 1,3 дихлорпропен	0,740	75	77	3,3
28	1,2,3 трихлорпропан	1,009	75	77	3,3

Окончание таблицы 6

Но- мер	Наименование соединения	Относительное время удержи- вания	Масса ос- новного иона М ₁ , Да	Масса под- тверждающих ионов М ₂ , Да	Теоретическое отношение площадей пиков ионов с массой М ₁ и М ₂ , Да
28	1,2,3 трихлорпропан	1,009	75	77	3,3
29	Тетрахлорэтен	0,781	164	166	2,2
30	1,1,1,2 тетрахлорэтан	0,882	131	133	1,1
31	1,1,2,2 тетрахлорэтан	1,030	83	85	1,6
32	Хлорбензол	0,873	112	114	3,3
33	1,2-дихлорбензол	1,169	146	148	1,6
34	1,3-дихлорбензол	1,123	146	148	1,6
35	1,4-дихлорбензол	1,133	146	148	1,5
36	1,2,3 трихлорбензол	1,420	180	182	1,1
37	1,2,4 трихлорбензол	1,364	180	182	1,1
38	Бромбензол	1,016	156	158	1,0
39	Бромхлорметан	0,463	128	130	0,9
40	Бромдихлорметан	0,671	83	85	1,6
41	Дибромхлорметан	0,813	129	127	0,95
42	Трибромметан	0,957	173	175	2,1
43	1,2 дибромэтан	0,823	107	109	1,1
44	Дибромметан	0,634	93	174	0,95
45	Бутилбензол	1,173	91	134	5,0
46	Изобутилбензол	1,109	105	134	6,5
47	Третбутилбензол	1,084	119	91	1,5
48	2-хлортолуол	1,038	126	91	0,3
49	4-хлортолуол	1,050	126	91	0,3
50	Гексахлорбутадиен	1,381	225	260	0,3
51	Нафталин	1,393	128	-	-
52	4-Бромфторбензол	1	174	176	1,1
53	Фторбензол	0,566	96	-	-

12.2.4 При регистрации аналитического сигнала ЛОС наличие анализируемого соединения в пробах воды обнаруживают по относительному времени удерживания и характеристическим ионам на масс-фрагментограмме.

Соединение считается идентифицированным при выполнении всех следующих критериев:

- относительное время удерживания ЛОС не отличается более чем на 0,5 % от относительного времени удерживания ЛОС в градуировочном образце;

- отношение площадей хроматографических пиков для выбранных ионов ЛОС с массой M_1 и M_2 не отличается от теоретического значения более чем на 20 % (см. таблицу 6);

- соотношение сигнал к шуму хроматографических пиков для каждого из выбранных ионов ЛОС составляет не менее 3:1.

13 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию ЛОС (X), мкг/дм³, определяют по формуле

$$X = \frac{S_{ij} \cdot V_{\text{ст}} \cdot C_{\text{ст}}}{S_{\text{ст}ij} \cdot RRF_{ij} \cdot V_{\text{п}}} , \quad (4)$$

где S_{ij} и $S_{\text{ст}ij}$ – площади пиков определяемого ЛОС и внутреннего стандарта (фторбензола или 4-бромфторбензола) на хроматограмме в j -ом измерении (условные единицы);

$C_{\text{ст}}$ – массовая концентрация раствора фторбензола или 4-бромфторбензола, внесённого в пробу, мкг/дм³;

$V_{\text{ст}}$ – объём внесённого раствора фторбензола или 4-бромфторбензола, см³;

$V_{\text{п}}$ – объём пробы, дм³;

RRF_{ij} – относительный коэффициент чувствительности ЛОС.

За результат измерений принимают результат единичного измерения. Если пробы дополнительно разбавляют, вычисления проводят по формуле

$$X = \frac{10 \cdot S_{ij} \cdot V_{\text{ст}} \cdot C_{\text{ст}}}{V_{\text{а}} \cdot S_{\text{ст}ij} \cdot RRF_{ij} \cdot V_{\text{п}}} , \quad (5)$$

где $V_{\text{а}}$ – объём аликвоты исходной пробы, взятой для разбавления, дм³.

14 Оформление результатов измерений

14.1 Результат измерений массовой концентрации ЛОС представляют в виде

$$(X \pm \Delta) \text{ мкг/дм}^3, P = 0,95. \quad (6)$$

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

14.2 Допустимо представлять результат в виде

$$(X \pm \Delta_n) \text{ мкг/дм}^3, P = 0,95, \text{ при условии } \Delta_n < \Delta, \quad (7)$$

где Δ_n – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

15.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории проводят в соответствии с РМГ 76.

Контроль качества результатов измерений предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля внутрилабораторной прецизионности).

15.2 Контроль лабораторной холостой пробы

Для подтверждения достаточной чистоты реактивов, материалов, лабораторной посуды выполняют холостой опыт.

Холостую пробу необходимо анализировать в каждой серии проб (10-20 проб, выполненных с одной партией реактивов), чтобы убедиться

в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть измерительная система, реактивы и материалы. В случае обнаружения загрязнений (проявляющихся в появлении сигналов при значениях времён удерживания и массах ионов, соответствующих определяемым ЛОС), превышающих уровень 0,01 мкг/дм³ для ЛОС, устанавливают источник загрязнения, последовательно анализируя используемые реактивы.

15.3 Оперативный контроль повторяемости

15.3.1 Для контроля повторяемости в каждой серии анализируемых проб проводят два параллельных измерения массовой концентрации ЛОС в соответствии с 12.2.

15.3.2 Проверку приемлемости результатов анализа, полученного в условиях повторяемости, проводят методом сравнения результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 . Расхождение между результатами определений не должно превышать предела повторяемости согласно условию

$$|X_1 - X_2| < r, \quad (8)$$

где r – предел повторяемости при измерении массовой концентрации ЛОС.

15.3.3 Если условие (8) не выполняется, то выясняют причины, устраняют их и повторяют измерения в соответствии с 12.2.

15.4 Оперативный контроль погрешности измерений методом добавок

15.4.1 Оперативный контроль погрешности проводят для каждой серии проб по результатам анализа образцов для контроля (ОК). В качестве ОК используют реальные или искусственно приготовленные пробы воды. ОК готовят методом добавок на основе любого типа вод. Получают результаты контрольных измерений массовой концентрации ЛОС в пробе

без добавки и в пробе с известной внесённой добавкой X' . Результат контрольной процедуры K_k , мкг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_k = X' - X - C_d, \quad (9)$$

где C_d – массовая концентрация добавки ЛОС, мкг/дм³.

Норматив контроля K , мкг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{\text{ЛХ}'})^2 + (\Delta_{\text{ЛХ}})^2}, \quad (10)$$

где $\Delta_{\text{ЛХ}'}$, $\Delta_{\text{ЛХ}}$ – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации ЛОС в пробе с добавкой и рабочей пробе соответственно.

15.4.2 Проводят сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля. Если результаты контрольной процедуры удовлетворяют условию

$$|K_k| \leq K, \quad (11)$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

15.5 Алгоритм контроля внутрилабораторной прецизионности

15.5.1 Контроль проводят в соответствии с планом внутрилабораторного контроля периодически либо по указанию руководителя лаборатории.

В качестве средства контроля используют ОК. ОК готовят методом добавок на основе любого типа вод. В пробу воды вносят добавку ЛОС, содержание которой в ОК должно составлять от 50 до 150 % исходного содержания ЛОС во взятой для его приготовления воде. Приготовленный ОК

подвергают измерениям в точном соответствии с требованиями настоящей методики в условиях воспроизводимости.

15.5.2 При реализации контрольной процедуры получают два результата контрольных измерений массовой концентрации ЛОС – X_1 и X_2 в одной и той же пробе воды в условиях внутрилабораторной прецизионности (разные исполнители, посуда, реактивы).

15.5.3 Результат контрольной процедуры R_k , мкг/дм³, рассчитывают по формуле

$$R_k = |X_1 - X_2| \quad (12)$$

и сравнивают с пределом внутрилабораторной прецизионности R_L .

15.5.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$R_k \leq R_L. \quad (13)$$

Примечание – На стадии внедрения методики в лаборатории допустимо R_L устанавливать на основе выражения: $R_L = 0,84 \cdot R$, где R – результат контрольной процедуры, последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

При невыполнении условия (13) процедуру контроля повторяют с использованием второй контрольной пробы. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

Приложение А (справочное)

Сертификат стандартного образца летучих органических соединений

Certificate of Analysis 502/524 VOLATILE ORGANICS CALIBRATION

*Certified
Reference
Material*

Product ID 502111
Lot LRAC0242
Expiration Date September 2020
MFG Date September 2018
Storage Conditions Freeze
Solvent/Matrix METHANOL

Analyte	Units	Certified Value ^{1,4}	Analytical Value	Raw Material Purity, %	Raw Material lot	Elution order	CAS
1,1-DICHLOROETHYLENE	µg/ml	2000 ± 170	2120	99.9998	LC08188	1	75-35-4
DICHLOROMETHANE	µg/ml	2000 ± 140	2040	99.99	SHBK1353	2	75-09-2
TRANS-1,2-DICHLOROETHYLENE	µg/ml	2000 ± 140	2040	99.7	MKBH9850V	3	156-60-5
1,1-DICHLOROETHANE	µg/ml	2001 ± 130	1980	99.9	LB68167	4	75-34-3
2,2-DICHLOROPROPANE	µg/ml	2000 ± 135	2010	98.4	BCBR0622V	5	594-20-7
CIS-1,2-DICHLOROETHYLENE	µg/ml	2001 ± 130	2010	99.9	LB73428	6	156-59-2
CHLOROFORM	µg/ml	2000 ± 120	2000	99.94	MKBV7632V	7	67-66-3
BROMOCHLOROMETHANE	µg/ml	2001 ± 110	1990	98.9	LB39040	8	74-97-5
1,1,1-TRICHLOROETHANE	µg/ml	2000 ± 140	2020	97.2	LC06533	9	71-55-6
1,1-DICHLOROPROPYLENE	µg/ml	2001 ± 125	1990	99.5	7738900	10	563-58-6
CARBON TETRACHLORIDE	µg/ml	2000 ± 140	1990	99.97	02041MB	11	56-23-5
1,2-DICHLOROETHANE	µg/ml	2001 ± 110	2010	99.9	LB74294	12	107-06-02
BENZENE	µg/ml	2000 ± 120	1970	99.99	SHBJ5344	13	71-43-2
TRICHLOROETHYLENE	µg/ml	2001 ± 110	2010	98.6	LB86674	14	79-01-6
1,2-DICHLOROPROPANE	µg/ml	2001 ± 120	1980	99.9	LC14320	15	78-87-5
BROMODICHLOROMETHANE	µg/ml	2001 ± 120	1980	97.9	MKCF8470	16	75-27-4
DIBROMOMETHANE	µg/ml	2001 ± 110	2030	98.8	LB81118	17	74-95-3
TRANS 1,3-DICHLOROPROPENE	µg/ml	2002 ± 120	1970	99	ZDMSLEK	18	10061-02-06
TOLUENE	µg/ml	2000 ± 110	2010	99.98	MKCF0747	19	108-88-3
CIS 1,3-DICHLOROPROPENE	µg/ml	2001 ± 120	1990	99.3	MKBZ5000V	20	10061-01-5
1,1,2-TRICHLOROETHANE	µg/ml	2000 ± 110	2010	99.9	LB87978	21	79-00-5
1,3-DICHLOROPROPANE	µg/ml	2000 ± 110	1990	99.9	LC10811	22	142-28-9
TETRACHLOROETHYLENE	µg/ml	2000 ± 110	2010	99.9	LB67182	23	127-18-4
DIBROMOCHLOROMETHANE	µg/ml	2000 ± 120	2020	96.5	LB89245	24	124-48-1



Page 1 of 4

SIGMA-ALDRICH
2931 Soldier Springs Rd.
St. Louis, MO 63103
314-460-1500
www.sigma-aldrich.com

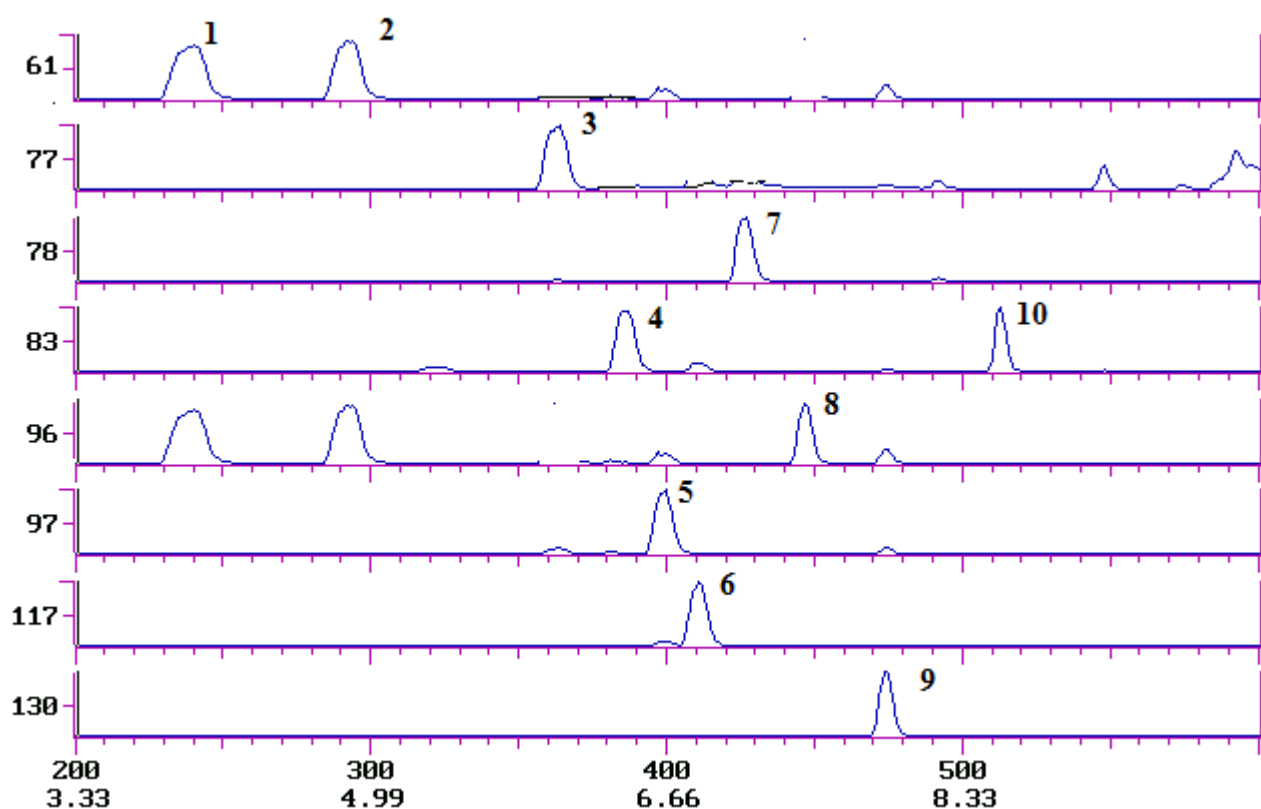


Lot LRAC0242 Expiration Date September 2020 MFG Date September 2018 Storage Conditions Freeze Solvent/Matrix METHANOL							
1,2-DIBROMOETHANE	µg/ml	2003 ± 110	2020	99.1	LB42792	25	106-93-4
CHLOROBENZENE	µg/ml	2000 ± 94	1990	99.9	LB93949	26	108-90-7
1,1,1,2-TETRACHLOROETHANE	µg/ml	2000 ± 110	1980	99.9	LC14810	27	630-20-6
ETHYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 110	1980	99.87	SHBK2389	28	100-41-4
M-XYLENE	µg/ml	2002 ± 110	2000	99.8	LB87531	29	108-38-3
P-XYLENE	µg/ml	2000 ± 110	2000	99.9	LB73203	29	106-42-3
O-XYLENE	µg/ml	2000 ± 110	2000	99.5	LB92424	30	95-47-6
STYRENE	µg/ml	2000 ± 98	1990	99.9	LC17632	31	100-42-5
CUMENE	µg/ml	2000 ± 99	2010	99.9	LB89580	32	98-82-8
BROMOFORM	µg/ml	2001 ± 120	2050	96.1	67996PJ	33	75-25-2
1,1,2,2-TETRACHLOROETHANE	µg/ml	2000 ± 100	1990	99.9	LB51327	34	79-34-5
1,2,3-TRICHLOROPROPANE	µg/ml	2001 ± 99	2020	99	BCBH8722V	35	96-18-4
N-PROPYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 100	1990	99.9	T2HFC	36	103-65-1
BROMOBENZENE	µg/ml	2001 ± 98	1980	99.5	LB99843	37	108-86-1
1,2,4-TRIMETHYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 100	2020	98.9	LB97224	38	95-63-6
2-CHLOROTOLUENE	µg/ml	2001 ± 98	2010	99.9	LC01464	39	95-49-8
4-CHLOROTOLUENE	µg/ml	2001 ± 92	2000	99.9	LC02742	40	106-43-4
TERT-BUTYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 93	2000	99.9	LB40373	41	98-06-6
1,3,5-TRIMETHYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 94	1980	99.3	LB82157	42	108-67-8
SEC-BUTYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 93	1990	99.4	LB77150	43	135-98-8
P-ISOPROPYLTOLUENE	µg/ml	2000 ± 88	1960	98.7	LB40003	44	99-87-6
1,4-DICHLOROBENZENE	µg/ml	2000 ± 88	2000	99.9	LB90630	45	106-46-7
1,3-DICHLOROBENZENE	µg/ml	2001 ± 94	2010	99.9	LC17654	46	541-73-1
N-BUTYLBENZENE	µg/ml	2000 ± 91	2010	99.9	LB81630	47	104-51-8
1,2-DICHLOROBENZENE	µg/ml	2001 ± 82	2010	99.4	LB58923	48	95-50-1
1,2-DIBROMO-3-CHLOROPROPANE	µg/ml	2000 ± 89	2060	96.8	LB06608	49	96-12-8
1,2,3-TRICHLOROBENZENE	µg/ml	2000 ± 73	2010	99.9	LC20450	50	87-61-6
HEXACHLOROBUTADIENE	µg/ml	2000 ± 81	2060	97.4	MKCD4346	51	87-68-3



Приложение Б
(справочное)

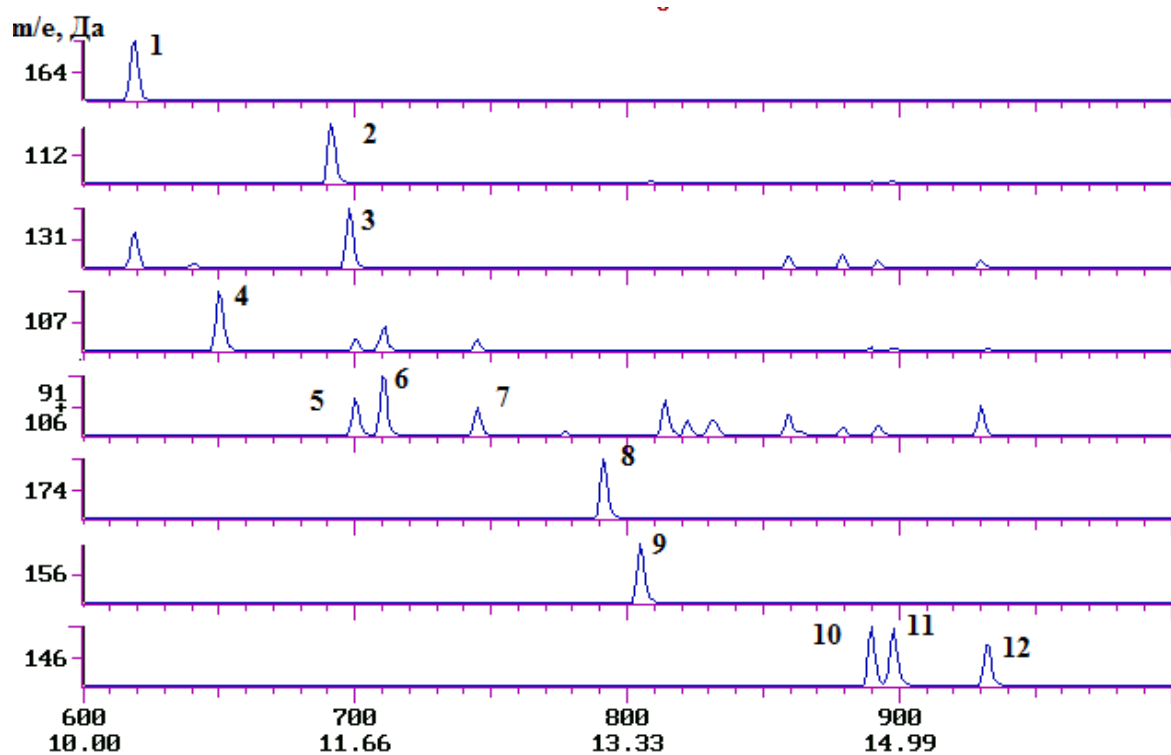
Фрагмент масс-хроматограммы стандартного раствора ЛОС
по характеристическим ионам аналитов
(время регистрации – 3.33 - 10.00 мин)



1 – транс-1,2-дихлорэтан; 2 – цис-1,2-дихлорэтан; 3 – 2,2-дихлорпропан;
4 – трихлорметан; 5 – 1,1,1-трихлорэтан; 6 – тетрахлорметан; 7 – бензол;
8 – фторбензол (внутренний стандарт); 9 – трихлорэтилен; 10 – бромдихлорметан

Рисунок Б.1

**Фрагмент масс-хроматограммы стандартного раствора ЛОС
по характеристическим ионам аналитов
(время регистрации – 10.00 - 11.67 мин)**



1 – тетрахлорэтилен; 2 – хлорбензол; 3 – 1,1,2,2-тетрахлорэтан;
4 – 1,2-дибромэтан; 5 – этилбензол; 6 – м+п ксилол; 7 – о-ксилол;
8 – 4-бромфторбензол (внутренний стандарт); 9 – бромбензол;
10 – 1,3-дихлорбензол; 11 – 1,4-дихлорбензол; 12 – 1,2-дихлорбензол

Рисунок Б.2

Библиография

- [1] Санитарные правила и нормы Гигиенические нормативы и СанПиН 1.2.3685-21 требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания

[2] Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативы предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения. Приложение к приказу Минсельхоза России от 13 декабря 2016 года № 552 (с изменениями на 10 марта 2020 года)

- | | | |
|-----|---|--|
| [3] | Технические условия
ТУ 25-11 1121-75 | Термометры комнатные типа
ТБ-37 |
| [4] | Каталог фирмы Agilent
Technology | Стеклянные флаконы (виалы) 9301-
0716 |
| [5] | Каталог фирмы Agilent
Technology | Прокладки тефлоновые 9301-
0976 |
| [6] | Каталог фирмы Agilent
Technology | Крышки алюминиевые 9301-
0721 |
| [7] | Каталог фирмы Agilent
Technology | Скриммер 5040-
4669 |
| [8] | Технические условия
ТУ 16-531-299-78 | Шкаф сушильный типа СНОЛ |
| [9] | Технические условия
ТУ 51-40-80 | Гелий газообразный |

РД 52.18.906–2021

- | | | |
|------|------------------------------|---|
| [10] | Каталог фирмы SIGMA-ALDRIDG | 502\524 Volatile organic calibration 502111 |
| [11] | Каталог фирмы Acros-Organics | 4-бромфторбензол 107010100 |
| [12] | Каталог фирмы Acros-Organic | фторбензол 119341000 |

Ключевые слова: летучие органические соединения, проба, вода, хромато-масс-спектрометрия.

Лист регистрации изменений

Порядковый номер изменения	Номер страницы				Номер регистрации изменения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	изменённой	заменённой	новой	аннулированной			внесения изм.	введения изм.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
(Росстандарт)

ИРСТ|ВНИИС

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы»
Регистрационный номер в реестре аккредитованных лиц № RA.RU.311787

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 205-11/RA.RU.311787/2020

Методика измерений: Массовая концентрация летучих органических соединений
в пробах питьевых, природных и сточных вод. Методика измерений
методом равновесного пара с помощью хромато-масс-спектрометрии,
разработанная Федеральным государственным бюджетным учреждением
«Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун»)
(249038, Россия, Калужская область, г. Обнинск, ул. Победы, 4)
и регламентированная в документе: Массовая концентрация летучих органических соединений
в пробах питьевых, природных и сточных вод. Методика измерений
методом равновесного пара с помощью хромато-масс-спектрометрии,

утвержденном в 2020 г. и содержащем 37 стр.,
обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга России от 15.12.2015 N 4091,
ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методи-
ки (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизион-
ность) методов и результатов измерений».

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных
вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке методики измерений,
исследований методики измерений.

теоретическое или экспериментальное исследование Методики измерений, др. виды работ

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует
предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологи-
ческими характеристиками, приведенными на оборотной стороне настоящего свидетель-
ства.

Первый заместитель директора по науке

Ф.В. Булыгин

Начальник отдела 205

С.В. Вихрова

«25» декабря 2020 года



000024

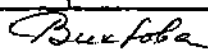
РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Таблица 1 - Метрологические характеристики для питьевой воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_p , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$, $\pm \delta$, %
Бензол	От 0,050 до 50 включ.	12	15	33
Метилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Этилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
1,2 диметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
1,3 диметилбензол 1,4 диметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	13	16	35
Пропилбензол	От 0,050 до 50 включ.	13	16	35
Изопропилбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,2,4 триметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,3,5 триметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
Стирол	От 0,050 до 50 включ.	8	10	23
Дихлорметан	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
Трихлорметан	От 0,050 до 50 включ.	12	15	33
Тетрахлорметан	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
1,1-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
1,2-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,1-дихлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	8	10	23
Транс 1,2-дихлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	7	9	21
Цис 1,2-дихлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	13	16	35
1,1,1-трихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,1,2-трихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Трихлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
2,2 дихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
1,2 дихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
1,3 дихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Цис 1,3 дихлорпропен	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Транс 1,3 дихлорпропен	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,2,3 трихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
Тетрахлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,1,1,2 тетрахлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,1,2,2 тетрахлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
Хлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
1,2-дихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,3-дихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
1,4-дихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30

Начальник отдела

Ведущий инженер



С.В. Вихрова

Л.Е. Якутенко

Приложение №1 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-11/RA.RU/311787/2020
от 25 декабря 2020 года

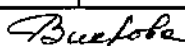
Продолжение таблицы 1 - Метрологические характеристики для питьевой воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_n %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$, $\pm \delta$, %
1,2,3 трихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
1,2,4 трихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	8	10	23
Бромбензол	От 0,050 до 50 включ.	8	10	23
Бромхлорметан	От 0,050 до 50 включ.	8	10	23
Бромдихлорметан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
Дибромхлорметан	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
Трибромметан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
1,2 дибромэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
Дибромметан	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Бутилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Изобутилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	25
Третбутилбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	14	30
2-хлортолуол	От 0,050 до 50 включ.	8	10	23
4-хлортолуол	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
Гексахлорбутadiен	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28
Нафталин	От 0,050 до 50 включ.	10	13	28

Таблица 2 - Метрологические характеристики для природной и сточной воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_n %		Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R %		Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$, $\pm \delta$, %	
		Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода
Бензол	От 0,050 до 50 включ.	9	12	12	15	25	33
Метилбензол	От 0,050 до 50 включ.	7	14	9	17	21	37
Этилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	11	12	15	25	33
1,2 диметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	6	12	8	15	18	33

Начальник отдела



С.В. Вихрова

Ведущий инженер



Л.Е. Якутенко

Приложение № 2 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-11/RA.RU/311787/2020
от 25 декабря 2020 года

Продолжение таблицы 2 - Метрологические характеристики для природной и сточной воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_r , %		Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %		Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$, $\pm \delta$, %	
		Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода
1,3 диметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	13	15	16	18	35	39
1,4 диметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	14	14	17	17	37	37
Сумма диметилбензолов	От 0,050 до 50 включ.	14	14	17	17	37	37
Пропилбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	11	14	14	30	30
Изопропилбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	13	15	15	33	33
1,2,4 триметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	12	12	16	25	35
1,3,5 триметилбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	12	14	15	30	33
Стирол	От 0,050 до 50 включ.	9	14	12	17	25	37
Дихлорметан	От 0,050 до 50 включ.	10	12	13	15	28	33
Трихлорметан	От 0,050 до 50 включ.	13	13	16	16	35	35
Тетрахлорметан	От 0,050 до 50 включ.	10	12	13	15	28	33
1,1-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	14	12	17	25	37
1,2-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	12	12	15	15	33	33
1,1-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	13	12	16	25	35
Транс 1,2-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	13	12	16	25	35
Цис 1,2-дихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	10	13	13	28	28
1,1,1-трихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	11	13	14	28	30
1,1,2-трихлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	12	12	15	25	33
Трихлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	10	13	13	16	28	35
2,2 дихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	10	12	13	15	28	33
1,2 дихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	11	15	14	18	30	39

Начальник отдела

Ведущий инженер

С.В. Вихрова

Л.Е. Якутенко

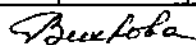
Приложение № 3 к Свидетельству
об аттестации методики (метода) измерений
№ 205-11/RA.RU/311787/2020
от 25 декабря 2020 года.

Продолжение таблицы 2 - Метрологические характеристики для природной и сточной воды

Наименование определяемого соединения	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/л	Показатель повторяемости (относительное стандартное отклонение повторяемости), σ_p , %		Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %		Показатель точности (границы относительной погрешности) при $P = 0,95$, $\pm \delta$, %	
		Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода	Природная вода	Сточная вода
1,3 дихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	9	14	12	17	25	37
Цис 1,3 дихлорпропен	От 0,050 до 50 включ.	9	13	12	16	25	35
Транс 1,3 дихлорпропен	От 0,050 до 50 включ.	12	12	15	15	33	33
1,2,3 трихлорпропан	От 0,050 до 50 включ.	11	11	14	14	30	30
Тетрахлорэтен	От 0,050 до 50 включ.	10	15	13	18	28	39
1,1,1,2 тетрачлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	15	13	15	28	33
1,1,2,2 тетрачлорэтан	От 0,050 до 50 включ.	9	15	12	18	25	39
Хлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	11	14	14	30	30
1,2-дихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	13	13	16	28	35
1,3-дихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	14	13	17	28	37
1,4-дихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	11	12	14	15	30	33
1,2,3 трихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	10	12	13	15	28	33
1,2,4 трихлорбензол	От 0,050 до 50 включ.	9	10	12	13	25	28
Бромбензол	От 0,050 до 50 включ.	7	12	9	15	21	33
Бромхлорметан	От 0,050 до 50 включ.	10	13	13	16	28	35
Бромдихлорметан	От 0,050 до 50 включ.	8	13	10	16	23	35
Дибромхлорметан	От 0,050 до 50 включ.	11	12	14	15	30	33
Трибромметан	От 0,050 до 50 включ.	11	14	14	17	30	37
1,2 дибромэтан	От 0,050 до 50 включ.	10	10	13	13	28	28
Дибромметан	От 0,050 до 50 включ.	11	13	14	16	30	35

Начальник отдела

Ведущий инженер



С.В. Вихрова

Л.Е. Якутенко

Подписано к печати 21.06.2022. Формат 60х84/16.
Печать офсетная. Тираж 80 экз. Печ. л. 3,0. Заказ № 22
Отпечатано с готового оригинал-макета в ФГБУ «ВНИИГМИ-МЦД»,
г. Обнинск, ул. Королёва, 6.