ЭКЗ № 1

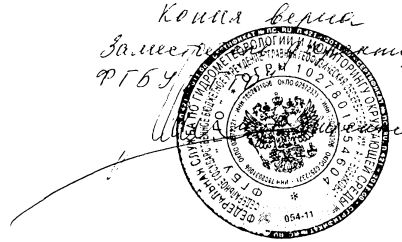
МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.04.882–2019

Копия верна
Заместитель директора
ФГБУ



МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СВИНЦА, КАДМИЯ, МАРГАНЦА, НИКЕЛЯ, МЕДИ, ХРОМА, ЦИНКА И ЖЕЛЕЗА В АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКАХ И АЭРОЗОЛЯХ

Методика измерений атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

Санкт-Петербург
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Главная геофизическая обсерватория им. А.И.Воейкова» (ФГБУ «ГГО»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ А.И.Полищук (руководитель разработки), Н.А.Першина (ответственный исполнитель)

3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 17.09.2019;

- с Управлением мониторинга состояния и загрязнения окружающей среды (УМСЗ) Росгидромета 14.11.2019

4 УТВЕРЖДЕН Руководителем Росгидромета 18.11.2019

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 16.12.2019 № 686

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ГХИ»

Свидетельство об аттестации методики измерений

№ С 35.882.RA.RU.311345 – 2019 от 05.12.2019

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» от 20.11.2019 за номером РД 52.04.882-2019

7 ВЗАМЕН РД 52.04.186-89, Ч. II., подраздел 4.5.12 «Определение свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, кобальта и железа»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2030 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 10 лет

Содержание

1 Область применения..... 1
2 Нормативные ссылки..... 2
3 Требования к показателям точности измерений..... 3
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам..... 6
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства..... 6
4.2 Реактивы и материал..... 8
5 Метод измерения..... 9
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды..... 10
7 Требования к квалификации операторов..... 11
8 Требования к условиям измерений..... 11
9 Отбор и хранение проб..... 12
10 Подготовка к выполнению измерений..... 12
10.1 Приготовление растворов и реактивов..... 12
10.2 Приготовление градуировочных растворов..... 14
10.3 Подготовка проб атмосферных осадков и аэрозолей..... 17
10.4 Подготовка ААС с электротермической атомизацией..... 18
10.5 Установление градуировочных зависимостей..... 19
10.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики..... 19
11 Порядок выполнения измерений..... 23
12 Вычисление и оформление результатов измерений..... 24
13 Контроль качества результатов измерений..... 26
13.1 Общие положения..... 26
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости..... 26
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок..... 27

Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления стандартных растворов для установления градуировочных характеристик и контроля точности измерений массовой концентрации свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа, атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией..... 29
Библиография..... 73

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СВИНЦА, КАДМИЯ, МАРГАНЦА, НИКЕЛЯ, МЕДИ, ХРОМА, ЦИНКА И ЖЕЛЕЗА В АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКАХ И АЭРОЗОЛЯХ

Методика измерений атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

Дата введения – 2020-01-10

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации растворенных форм металлов: свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа (далее – металлы) атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией в пробах атмосферных осадков и аэрозолей (далее – проба).

Диапазоны измеряемых массовых концентраций ограничены значениями, представленными в таблицах 1 и 2.

Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих наблюдения за химическим составом атмосферных осадков и аэрозолей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.0.004–2015 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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

ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

РД 52.04.186–89 Руководство по контролю загрязнения атмосферы

РД 52.04.878-2019 Отбор проб при наблюдениях за химическим составом атмосферных осадков

Примечания

1 Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, А.3 и А.4 (приложение А).

2 При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных нормативных документов:

- национальных стандартов - в информационной системе общего пользования - на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году;

- нормативных документов Росгидромета - по РД 52.18.5-2012 и дополнениям к нему - ежегодно издаваемым информационным указателям нормативных документов.

3 Если ссылочный нормативный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться замененным

(измененным) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 соответствуют характеристикам, приведенным в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих для атмосферных осадков при доверительной вероятности P=0,95

Наименование металла	Диапазон измерений массовой концентрации металла X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
Железо	От 10,0 до 200 включ.	0,07•X	0,08•X	0,04•X	0,15•X
Кадмий	От 0,10 до 2,0 включ.	0,09•X	0,09•X	0,05•X	0,19•X
Марганец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,06•X	0,07•X	0,09•X	0,14•X
Медь	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,05•X	0,15•X
Никель	От 5,0 до 60,0 включ.	0,06•X	0,06•X	0,01•X	0,12•X
Свинец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,06•X	0,06•X	0,08•X	0,13•X
Хром	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,15•X
Цинк	От 2,0 до 40,0 включ.	0,06•X	0,07•X	0,08•X	0,15•X

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих для аэрозолей при доверительной вероятности P=0,95

Наименование металла	Диапазон измерений массовой концентрации металла X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
Железо	От 10,0 до 200 включ.	0,08•X	0,08•X	0,08•X	0,18•X
Кадмий	От 0,10 до 2,0 включ.	0,09•X	0,10•X	0,23•X	0,30•X
Марганец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,05•X	0,05•X	0,08•X	0,13•X
Медь	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,17•X
Никель	От 5,0 до 60,0 включ.	0,06•X	0,06•X	0,08•X	0,14•X
Свинец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,16•X
Хром	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,15•X
Цинк	От 2,0 до 40,0 включ.	0,08•X	0,07•X	0,08•X	0,17•X

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;

- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

3.3 При выполнении измерений массовой концентрации металлов в пробах сразу после соответствующего разбавления погрешность не превышает величины Δ*n, где Δ – погрешность измерения концентрации металла в разбавленной пробе; n – степень разбавления.

3.4 Пределы обнаружения металлов в атомно-абсорбционным методом с электротермическим атомизатором проб приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Пределы обнаружения металлов атомно-абсорбционным методом с электротермическим атомизатором

Наименование металла	Предел обнаружения, мкг/дм^3	Наименование металла	Предел обнаружения, мкг/дм^3
Железо	4,0	Никель	4,0
Кадмий	0,1	Свинец	1,0
Марганец	0,4	Хром	0,5
Медь	0,5	Цинк	1,0

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Атомно-абсорбционный спектрометр (ААС) с электротермическим атомизатором «КВАНТ-Z.ЭТА», снабженный корректором неселективного поглощения фона по ГКНЖ.09.00.000 ФО – 1 шт.

4.1.2 Атомно-абсорбционный спектрометр типа «МГА-915», «МГА-915М» или «МГА-915МД» по ТУ 4434-915-79767644–2008, снабженный специализированным программным обеспечением – 1 шт.

4.1.3 Комплект спектральных ламп с полым катодом KCG–1, по ГКНЖ 11.00.000 ТО или других типов с аналогичными характеристиками – 1 комплект.

4.1.4 Графитовые трубки (кюветы) с пиролитическим покрытием к атомизатору ААС по ГКНЖ. 09.00.000 ТО – 1 комплект.

4.1.5 Весы неавтоматического действия высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228–2008, действительная цена деления 0,001 г или 0,01 г – 1 шт.

4.1.6 Низкотемпературная лабораторная электропечь типа SNOL 67/350 – 1 шт.

4.1.7 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 1, по ГОСТ 1770–74 вместимостью: 25 $см^3$ – 1 шт., 50 $см^3$ – 6 шт., 100 $см^3$ – 6 шт., 200 $см^3$ – 6 шт., 250 $см^3$ – 2 шт., 500 $см^3$ – 2 шт., 1000 $см^3$ – 2 шт.

4.1.8 Пипетки градуированные 1-го класса точности, исполнения 1 по ГОСТ 29227–91 вместимостью: 1 $см^3$ – 3 шт., 2 $см^3$ – 3 шт., 5 $см^3$ – 3 шт., 10 $см^3$ – 2 шт.

4.1.9 Пипетки с одной меткой 1-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169–91 вместимостью: 1 $см^3$ – 3 шт., 2 $см^3$ – 3 шт., 5 $см^3$ –3 шт., 10 $см^3$ – 2 шт., 20 $см^3$ – 2 шт.

4.1.10 Дозаторы пипеточные со сменным наконечником 2-го класса точности типа ДПВ-1 по ТУ 9452-001-33189998–95 с объемом дозирования от 40 до 200 $мм^3$ – 1 шт.; от 200 до 1000 $мм^3$ – 1 шт., от 1000 до 5000 $мм^3$ – 1 шт.

4.1.11 Наконечник одноканальный к дозатору вместимостью от 5 до 50 $мм^3$ – 1000 шт.; от 40 до 200 $мм^3$ – 200 шт.; от 200 до 1000 $мм^3$ – 40 шт.

4.1.12 Цилиндры 1-го класса точности исполнения 1, по ГОСТ 1770–74, вместимостью: 50 $см^3$ – 3 шт., 100 $см^3$ – 3 шт., 500 $см^3$ – 1 шт., 1000 $см^3$ – 1 шт.

4.1.13 Стаканы по ГОСТ 9147–80: № 3 с номинальной вместимостью 150 $см^3$ – 5 шт., № 4 с номинальной вместимостью 250 $см^3$ – 5 шт., № 5 с номинальной вместимостью 400 $см^3$ – 2 шт., № 6 с номинальной вместимостью 600 $см^3$ –1 шт., № 7 с номинальной вместимостью 1000 $см^3$ – 1 шт.

4.1.14 Колбы конические исполнения 2 по ГОСТ 25336–82 вместимостью 100 $см^3$ – 50 шт.

4.1.15 Воронки лабораторные В – 56 - 80 ГОСТ 25336–82 – 10 шт.

4.1.16 Чашки ЧБН-1-100 (Петри) ГОСТ 25336–82 – 10 шт.

4.1.17 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ–24/10 по ГОСТ 25336–82 – 10 шт.

4.1.18 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336–82.

4.1.19 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) по ГОСТ Р 50962–96 вместимостью: 100 $см^3$ – 20 шт., 250 $см^3$ – 50 шт., 500 $см^3$ – 100 шт., 1000 $см^3$ – 50 шт.

4.1.20 Пробирки Эппендорфа полипропиленовые вместимостью 2 $см^3$, по ТУ 62-2-300–80 – 1000 шт.

4.1.21 Палочка из боросиликатного стекла 3,3 по ГОСТ 27460–87.

4.1.22 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919–83.

4.1.23 Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов ионов определяемых металлов:

РМ-3, ГСО 7325–96 (кадмий, хром, медь);

РМ-2, ГСО 7272–96 (железо, никель, свинец, марганец, цинк); или:

ГСО 8212–2002 (железо);	ГСО 7773–2000 (кадмий),
ГСО 7761–2000 (марганец);	ГСО 8205–2002 (медь);
ГСО 7785–2000 (никель);	ГСО 7774–2000(свинец);
ГСО 7781–2000 (хром);	ГСО 8211–2002 (цинк).

4.1.24 Холодильник бытовой.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Кислота азотная концентрированная, по ГОСТ 11125–84 ос.ч.

4.2.2 Палладий азотнокислый (нитрат палладия), раствор, содержащий 500 г/$дм^3$ палладия по ТУ 6–09–395–75, ч.

4.2.3 Магния нитрат 6-водный, по ГОСТ 11088–75 ч.д.а.

4.2.4 Аргон газообразный жидкий по ГОСТ 10157–2016.

4.2.5 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72.

4.2.6 Вода деионизованная на установке для финальной очистки воды по ГОСТ 25661–83 с удельным сопротивлением не менее 18,2 МОм.

4.2.7 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962–2013.

4.2.8 Фильтры мембранные «Владипор МФАС-ОС-2», 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678–95.

4.2.9 Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026–76.

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

5 Метод измерений

5.1 Метод атомно-абсорбционного (АА) спектрального анализа основан на явлении поглощения резонансного излучения свободными атомами элемента. Для каждого элемента существуют определенные разрешенные состояния – энергетические уровни. Следовательно, для каждого элемента существуют определенные длины волн излучения и поглощения [1].

5.2 В АА измерении используются резонансные линии, соответствующие переходам атомов с невозбужденного уровня на возбужденные уровни.

5.3 Перевод пробы в состояние атомного пара производится в аналитической ячейке (графитовой трубчатой печи) электротермического атомизатора, нагреваемой до температуры атомизации определяемого элемента по специальной температурно-временной программе, включающей выпаривание пробы до сухого остатка, его озоление и

атомизацию, сопровождающуюся измерением абсорбционности металла на его резонансной спектральной линии, излучаемой соответствующей лампой с полым катодом.

5.4 При испарении реальной пробы кроме атомов определяемого элемента, в аналитической ячейке, может присутствовать фон (частицы и молекулы), поглощение света которыми приводит к появлению систематической погрешности АА измерений. Для автоматической коррекции фонового поглощения в спектрометре использован обратный эффект Зеемана [2] – графитовая печь помещается в продольное переменное магнитное поле, что позволяет реализовывать идеальную двухлучевую двухканальную схему АА измерений.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации металлов в пробах атмосферных осадков и аэрозолей необходимо соблюдать правила по технике безопасности на сети наблюдений Росгидромета [3].

6.2 Помещение должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть обеспечено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.3 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.4 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.5 Выполнение измерений следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

6.6 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.7 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории не менее шести месяцев, прошедшие соответствующую подготовку согласно ГОСТ 12.0.004.

7.2 Оператор (инженер или лаборант), выполняющий измерения, должен знать правила безопасности при работе с электрооборудованием и сжатыми газами.

8 Требования к условиям измерений

8.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха, °С .....22 ± 5;
- атмосферное давление, кПа.....от 84 до 106;
- относительная влажность воздуха при 25 °С, % не более.....80;
- напряжение в сети, В.....220 ± 10;
- частота переменного тока в сети, Гц.....50 ± 1.

8.2 Выполнение измерений следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

9 Отбор и хранение проб

9.1 Отбор проб атмосферных осадков выполняют в соответствии с РД 52.04.878-2019.

9.2 Отбор проб аэрозолей выполняют в соответствии с РД 52.04.186 (Ч. II, пункт 3.4).

9.3 Пробы фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» или через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в течение 20 мин в 1 %-ном растворе азотной кислоты и двукратным кипячением в дистиллированной воде. При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

9.4 Транспортирование и хранение проб осуществляют в полиэтиленовой посуде.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Получение деионизованной воды

Воду деионизованную получают на установке для финальной очистки воды по ГОСТ 25661 с удельным сопротивлением не менее 18,2 МОм.

10.1.2 Раствор азотной кислоты 1:1

В мерный стакан № 7 номинальной вместимостью 1000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ деионизованной воды, цилиндром вместимостью 500 $см^3$ отмеряют 500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и осторожно по каплям добавляют в мерный стакан. Используют при приготовлении градуировочных растворов.

10.1.3 Раствор азотной кислоты 1:200 (фоновый раствор)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 100 $см^3$ деионизованной воды, переносят 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1

доводят деионизованной водой до метки. Используют при приготовлении градуировочных растворов.

10.1.4 Раствор азотной кислоты 1 %-ный

В мерный стакан № 6 номинальной вместимостью 600 $см^3$ помещают 100 $см^3$ деионизованной воды, пипеткой вместимостью 10 $см^3$ отмеряют 7,7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и добавляют в мерный стакан. Объем полученного раствора доводят до 500 $см^3$. Раствор используют для отмывки фильтров.

10.1.5 Раствор палладия 4,0 г/$дм^3$

Отбирают 200 $мм^3$ раствора нитрата палладия с концентрацией палладия 500 г/$дм^3$ с помощью дозатора типа ДПВ-1 вместимостью от 40 до 200 $мм^3$ и переносят его в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, прибавляют 1,8 $см^3$ концентрированной азотной кислоты с помощью градуированной пипетки вместимостью 2 $см^3$. Доводят объем в колбе до метки ультрачистой водой и перемешивают.

10.1.6 Раствор магния 4,0 г/$дм^3$

Навеску нитрата магния массой 2,112 г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в ультрачистой воде, прибавляют 3,7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты с помощью градуированной пипетки вместимостью 5 $см^3$, доводят объем раствора до метки на колбе ультрачистой водой и перемешивают.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из РМ-2 и РМ-3 или соответствующих ГСО в соответствии с инструкцией по применению ГСО и приложения А.

10.2.2 Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 2 % относительно приписанного значения массовой концентрации железа, кадмия, марганца, меди, хрома, никеля, свинца и цинка.

10.2.3 Массовые концентрации рабочих градуировочных растворов определяемых металлов в атмосферных осадках и аэрозолях приведены в таблице 4.

Таблица 4

Наименование металла	Номер градуировочного раствора				
	1	2	3	4	5
	Массовая концентрация металлов, мкг/дм^3, для приготовления рабочих градуировочных растворов				
Железо	10	25	50	100	200
Кадмий	0,10	0,25	0,50	1,00	2,00
Марганец	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Медь	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Никель	5,0	10,0	20,0	40,0	60,0
Свинец	2,0	5,0	10,0	20,0	40,0
Хром	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Цинк	2,0	5,0	10,0	20,0	40,0

10.2.4 Приготовление рабочих градуировочных растворов для анализа атмосферных осадков проводится в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5

Наименование металла	Массовая концентрация исходного раствора, мг/дм^3	Отбираемый объем промежуточного раствора, мм^3				
		Номер рабочего градуировочного раствора				
		1	2	3	4	5
Марганец, свинец, цинк, железо	10,0	200	500	1000	2000	4000
Никель		500	1000	2000	4000	5000
Хром, медь		200	500	200	400	600
Кадмий	0,5	40	100	200	400	800

Указанные в таблице 5 объемы промежуточных растворов железа, кадмия, марганца, меди, никеля, свинца, цинка и хрома, с массовой концентрацией 10,0 и 0,5 мг/дм^3 отбирают с помощью дозаторов типа ДПВ–1 со сменным наконечником с объемом дозирования от 40 до 200 мм^3, от 200 до 1000 мм^3 и от 1000 до 5000 мм^3, градуированных пипеток вместимостью 1, 2, 5 см^3 и пипеток с одной меткой вместимостью 2, 5, 10 см^3, вносят в мерные колбы соответствующих вместимостей, доводят до метки фоновым раствором и перемешивают.

10.2.5 Приготовление рабочих градуировочных растворов для анализа аэрозолей проводится в соответствии с таблицей 6.

Указанные в таблице 6 объемы промежуточных растворов металлов с массовой концентрацией 2,0, 0,5 и 10,0 мг/дм^3 отбирают с помощью дозаторов типа ДПВ-1 со сменным наконечником с объемом дозирования от 1 до 10 мм^3, от 40 до 200 и от 200 до 1000 мм^3 вносят на чистый фильтр, помещенный в чашу Петри. Предварительно, в центр фильтра дозатором типа ДПВ-1 вносят 0,2 см^3 ректификованного этилового спирта.

Таблица 6

Наименование металла	Массовая концентрация исходного раствора, мг/дм^3	Отбираемый объем промежуточного раствора, мм^3				
		Номер рабочего градуировочного раствора				
		1	2	3	4	5
Марганец, свинец, цинк, железо	2,0	20	50	100	200	400
Никель		50	100	200	400	600
Хром, медь		20	50	-	-	-
Хром, медь	10,0	-	-	200	400	600
Кадмий	0,5	4	10	20	40	80

Высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

10.2.6 При анализе атмосферных осадков в качестве холостого измерения используют фоновый раствор с добавлением необходимого количества модификатора в соответствии с таблицей 7. Срок хранения холостой пробы – не более двух недель.

10.2.7 Для холостого измерения концентраций металлов в аэрозолях помещают 5 неэкспонированных фильтров от каждой поступившей партии в одну колбу, смачивают этиловым спиртом добавляют 20 см^3 фонового раствора. Перед измерением концентрации металла в пробирку Эппендорфа вместимостью 2,0 см^3 вносят дозатором типа ДПВ-1 раствор соответствующего модификатора, который выбирают в соответствии с таблицей 7 и доводят объем до метки подготовленной холостой пробой и перемешивают. Пересчитывают на среднее содержание металла в одном фильтре. Это значение вычитают из результатов, полученных при анализе проб растворов аэрозолей.

Таблица 7 – Рекомендуемые химические модификаторы, их концентрации и объемы

Наименование металла	Модификатор и его концентрация в анализируемой пробе	Объем раствора модификатора, добавляемый к 2,0 $см^3$пробы, $мм^3$
Железо	50 мкг/$см^3$ Mg^{2+}	25,0
Кадмий	20 мкг/$см^3$ Pd^{2+}	10,0
Марганец	20 мкг/$см^3$ Pd^{2+}	10,0
Медь	20 мкг/$см^3$ Pd^{2+}	10,0
Никель	20 мкг/$см^3$ Pd^{2+}	10,0
Свинец	20 мкг/$см^3$ Pd^{2+}	10,0
Хром	100 мкг/$см^3$ Mg^{2+}	50,0
Примечание - Определение меди и железа возможно без применения модификатора		

10.3 Подготовка проб атмосферных осадков и аэрозолей

10.3.1 Подготовка проб атмосферных осадков

Для выполнения измерений на ААС в пробирки Эппендорфа вместимостью 2,0 $см^3$ вносят дозатором типа ДПВ-1 раствор соответствующего модификатора, который выбирают в соответствии с таблицей 7. Доводят объемы растворов в пробирках до метки анализируемой пробой атмосферных осадков и перемешивают.

10.3.2 Подготовка проб аэрозолей

Экспонированный фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, смачивают 1 $см^3$ этилового спирта, ректификованного. В колбу с фильтром приливают 20 $см^3$ деионизованной воды, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

В пробирки Эппендорфа вместимостью 2,0 $см^3$ вносят дозатором типа ДПВ-1 раствор соответствующего модификатора, который выбирают

в соответствии с таблицей 7. Доводят объемы растворов в пробирках до метки анализируемой пробой аэрозолей и перемешивают.

10.4 Подготовка ААС с электротермической атомизацией

10.4.1 ААС «КВАНТ-Z.ЭТА» или аналогичный ААС типа «МГА-915», «МГА-915М» или «МГА-915МД» готовят к работе для измерения массовых концентраций металлов в соответствии с руководством по эксплуатации ААС [4].

10.4.2 Дозирование пробы в графитовую кювету выполняют дозатором типа ДПВ-1 в соответствии с руководством по эксплуатации используемого ААС.

10.4.3 Температурно-временная программа нагрева атомизатора ААС для измерения массовой концентрации металлов выбирается в соответствии с программой ААС.

10.5 Установление градуировочных зависимостей

10.5.1 На ААС с аналоговой регистрацией аналитического сигнала измеряют величину абсорбционности, а на ААС с цифровой регистрацией – массовую концентрацию металла.

10.5.2 Выполняют три измерения при атомизации градуировочного образца с нулевой концентрацией иона металла (холостая проба) и не менее двух измерений при атомизации градуировочных образцов в порядке возрастания их концентраций.

По полученным средним значениям аналитического сигнала холостой пробы и градуировочных образцов по программе обработки данных ААС рассчитываются градуировочные зависимости для каждого металла методом наименьших квадратов в координатах: концентрация метала в мкг/дм^3 – величина аналитического сигнала в единицах

абсорбционности. Градуировочные зависимости устанавливают перед измерением массовых концентраций металлов в пробах атмосферных осадков и аэрозолей, а также после замены графитовой трубки или спектральной лампы.

10.5.3 В случае нарушения линейности градуировочной зависимости в области высоких концентраций какого-либо металла, допускается устанавливать градуировочные зависимости для двух диапазонов так, чтобы в каждом диапазоне зависимость была практически линейной.

10.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.6.1 Средствами контроля являются градуировочные растворы, используемые для установления градуировочной зависимости (не менее трех образцов). Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующих условий

$$|X\text{-}C_г| \le \sigma_R \text{ или } |X\text{-}C_г| \le d, \quad (1)$$

где X – результат контрольного измерения концентрации или содержания металла в градуировочном образце, мкг/дм^3;

$C_г$ – приписанное значение концентрации или содержания определяемого металла в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

σ_R – показатель воспроизводимости для концентрации металла, равной $C_г$, мкг/дм^3 (см. таблицы 1, 2);

d – допустимое расхождение между измеренным и приписанным значением содержания металлов в градуировочном растворе, мкг/дм^3. Значения d приведены в таблицах 8, 9.

нестабильности, повторяют измерение с использованием других растворов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

Таблица 8 – Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания металлов в пробе атмосферных осадков при контроле стабильности градуировочной зависимости

Наименование металла	Условия стабильности градуировочной характеристики				
Приписанное значение содержания свинца и цинка в пробе, мкг/дм^3					
	2,0	5,0	10,0	20,0	40,0
Допустимое расхождение в пробе, *d*, мкг/дм^3					
Свинец	0,125	0,114	0,160	0,512	0,980
Цинк	0,130	0,060	0,060	0,046	0,650
Приписанное значение содержания марганца, хрома и меди в пробе, мкг/дм^3					
	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Допустимое расхождение в пробе, *d*, мкг/дм^3					
Марганец	0,138	0,139	0,048	0,355	1,023
Хром	0,133	0,055	0,074	0,075	0,089
Медь	0,144	0,065	0,109	0,069	0,374
Приписанное значение содержания железа в пробе, мкг/дм^3					
	10	25	50	100	200
Допустимое расхождение в пробе, *d*, мкг/дм^3					
Железо	0,745	0,751	0,664	0,580	0,671
Приписанное значение содержания никеля в пробе, мкг/дм^3					
	5,0	10,0	20,0	40,0	60,0
Допустимое расхождение в пробе, *d*, мкг/дм^3					
Никель	0,305	0,487	0,371	1,023	1,209
Приписанное значение содержания кадмия в пробе, мкг/дм^3					
	0,10	0,25	0,50	1,00	2,00
Допустимое расхождение в пробе, *d*, мкг/дм^3					
Кадмий	0,009	0,009	0,014	0,017	0,013

Таблица 9 – Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания металлов в пробах аэрозолей при контроле стабильности градуировочной зависимости

Наименование металла	Условия стабильности градуировочной характеристики				
Приписанное значение содержания свинца и цинка в пробе, мкг/дм^3					
	2,0	5,0	10,0	20,0	40,0
Допустимое расхождение в пробе, d, мкг/дм^3					
Свинец	0,075	0,109	0,275	1,38	0,474
Цинк	0,122	0,078	0,236	0,349	0,545
Приписанное значение содержания марганца, хрома и меди в пробе, мкг/дм^3					
	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0
Допустимое расхождение в пробе, d, мкг/дм^3					
Марганец	0,109	0,167	0,064	0,469	0,282
Хром	0,179	0,079	0,330	0,366	0,782
Медь	0,125	0,103	0,121	0,386	0,451
Приписанное значение содержания железа в пробе, мкг/дм^3					
	10	25	50	100	200
Допустимое расхождение в пробе, d, мкг/дм^3					
Железо	0,718	0,812	0,448	0,817	2,06
Приписанное значение содержания никеля в пробе, мкг/дм^3					
	5,0	10,0	20,0	40,0	60,0
Допустимое расхождение в пробе, d, мкг/дм^3					
Никель	0,094	0,064	0,469	0,282	0,220
Приписанное значение содержания кадмия в пробе, мкг/дм^3					
	0,10	0,25	0,50	1,00	2,00
Допустимое расхождение в пробе, d, мкг/дм^3					
Кадмий	0,009	0,007	0,009	0,042	0,063

10.6.2 Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого раствора для исключения результата, содержащего грубую

погрешность. При повторном невыполнении условия выясняют причины нестабильности, повторяют измерение с использованием других растворов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями концентрации или содержания металла в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение. Если же все значения имеют одинаковый знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 Для выполнения измерений на ААС приготовленный по 10.3 раствор атмосферных осадков или аэрозолей дозируют в графитовую печь и выполняют измерение массовой концентрации каждого металла по соответствующей программе ААС. Повторяют измерение и значения массовой концентрации металла усредняют, если расхождение между ними не превышает величины предела повторяемости (см. раздел 12).

11.2 Если величина массовой концентрации металла в пробе выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют измерение после разбавления пробы ультрачистой водой таким образом, чтобы величина аналитического сигнала от разбавленной пробы соответствовала примерно середине диапазона градуировочной зависимости. Для этого в пробирку Эппендорфа вместимостью 2,0 $см^3$ вносят аликвоту анализируемой пробы, соответствующий модификатор и доводят до метки фоновым раствором.

11.3 Для контроля чувствительности и постоянства условий атомизации проб периодически, через 9–10 циклов атомизации, измеряют

абсорбционность градуировочного раствора с максимальной концентрацией определяемого металла. Если полученный результат оказывается заниженным на величину, превышающую предел воспроизводимости R ($2{,}77\sigma_R$) относительно величины, полученной при градуировке, измерение повторяют. При получении заниженного результата повторного измерения градуировочного образца графитовую трубку атомизатора заменяют.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Массовую концентрацию металла X, мкг/дм^3, в анализируемой пробе атмосферных осадков рассчитывают по формуле

$$X=C_г, \quad (2)$$

где $C_г$ – массовая концентрация определяемого металла, рассчитанная по соответствующей градуировочной зависимости, мкг/дм^3.

12.2 Результат измерения массовой концентрации определяемого металла в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение двух результатов, мкг/дм^3, разность между которыми не превышает предела повторяемости r ($2{,}77\sigma_r$).

$\pm\Delta$ – границы характеристики погрешности измерения данной массовой концентрации металла, мкг/дм^3.

12.3 Допустимо представлять результат в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_л, \text{ мкг/дм}^3, \text{ при } (P=0{,}95), \quad (4)$$

где $\pm\Delta_л$ – границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в конкретной лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мкг/дм^3.

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

12.4 Результаты измерений оформляют записью в журнале по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности; последние не должны содержать более двух значащих цифр.

12.5 Массовую концентрацию металла X', мкг/м^3, в аэрозолях рассчитывают по формуле

$$X' = \frac{(C_1 - C_0) \cdot V_1}{V_0}, \quad (5)$$

где C_1 – массовая концентрация металла в пробе, мкг/дм^3;

C_0 – массовая концентрация металла в пробе с неэкспонированным фильтром, мкг/дм^3;

V_1 – объем экстрагирующего раствора, дм^3;

V_0 – объем аспирированного через фильтр воздуха, м^3.

12.6 Результат измерения массовой концентрации определяемого металла в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

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

где $\overline{X'}$ – среднее арифметическое значение двух результатов, мкг/дм^3, разность между которыми не превышает предела повторяемости r ($2{,}77\sigma_r$).

$\pm\Delta$ – границы характеристики погрешности измерения данной массовой концентрации металла, мкг/дм^3.

13 Контроль качества результатов измерений

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, погрешности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу делят на две части и выполняют измерения в соответствии с разделом 10.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле:

$$r_к = X_{max} - X_{min}, \quad (7)$$

где X_{max}, X_{min} – результаты единичных измерений массовой концентрации металла в пробе, мкг/дм^3.

13.2.3 Предел повторяемости r_n, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2{,}77 \cdot \sigma_r, \quad (8)$$

где σ_r – показатель повторяемости для массовой концентрации, равной – X, мкг/дм^3.

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \leq r_n. \quad (9)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (9) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля, равным $3{,}6 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

13.3.2 Результат контрольной процедуры $K_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K_к = |X'' - X - C|, \quad (10)$$

где X'' – результат контрольного измерения массовой концентрации металла в пробе с известной добавкой, мкг/дм^3;

X – результат контрольного измерения массовой концентрации металла в рабочей пробе атмосферных осадков и аэрозоля, мкг/дм^3;

C – величина добавки, мкг/дм^3.

13.3.3 Норматив контроля погрешности K, мкг/дм^3 рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{лX'})^2 + (\Delta_{лX})^2}, \quad (11)$$

где $\Delta_{лХ'}$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации металла в пробе с добавкой, мкг/дм^3;

$\Delta_{лХ}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации металла в рабочей пробе, мкг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения Характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лХ'} = 0{,}84 \cdot \Delta_{Х'}$, $\Delta_{лХ} = 0{,}84 \cdot \Delta_{Х}$, где $\Delta_{Х'}$, $\Delta_{Х}$ – приписанные методике значения Характеристик погрешности, соответствующие концентрации определяемого металла в пробе с добавкой и рабочей пробе, соответственно.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (12)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления стандартных растворов для установления градуировочных характеристик и контроля точности измерений массовой концентрации свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

А.1 Назначение и область применения

Методика устанавливает процедуры при приготовлении растворов из государственных стандартных образцов, используемых для установления градуировочных характеристик и контроля точности измерений массовой концентрации свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа в атмосферных осадках и аэрозолях атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики стандартных растворов ГСО, используемых для установления градуировочных характеристик и контроля точности измерений массовой концентрации свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа в атмосферных осадках и аэрозолях атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики стандартных растворов свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа при доверительной вероятности Р = 0,95 %

Номер СО	Наименование металла	Аттестованная характеристика СО	Обозначение единицы концентрации	Аттестованное значение металла в СО, г/дм^3	Границы относительной погрешности аттестованного значения СО при доверительной вероятности 0,95 %
РМ-2 ГСО 7272-96	Железо	Массовая концентрация металла	г/дм^3	0,511	±2,0
	Никель			0,103	
	Свинец			0,102	
	Марганец			0,101	
	Цинк			0,101	
РМ-3 ГСО 7325-96	Кадмий			0,101	±2,0
	Хром			0,103	
	Медь			0,100	

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства

А.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770–74 вместимостью: 50 см^3 – 4 шт., 200 см^3 – 22 шт., 1000 см^3 – 2 шт.

А.3.2 Пипетки градуированные 1-го класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227–91 вместимостью: 1 см^3 – 2 шт., 2 см^3 – 1 шт.,10 см^3 – 1шт.

А.3.3 Пипетки с одной отметкой 1-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169–91 вместимостью: 1 см^3 – 2 шт., 2 см^3 – 2 шт., 5 см^3 – 2 шт., 10 см^3 – 2 шт.

А.3.4 Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336–82 – 2 шт.

А.3.5 Дозаторы пипеточные со сменным наконечником 2-го класса точности типа ДПВ-1 по ТУ 9452-001-33189998–95 с объемом дозирования от 1 до 10 мм^3 – 1 шт., от 40 до 200 мм^3 – 1 шт., от 200 до 1000 мм^3 – 1 шт.

А.3.6 Наконечник одноканальный к дозатору вместимостью от 0,2 до 50 мм^3 – 1000 шт., от 40 до 200 мм^3 – 200 шт., от 200 до 1000 мм^3 – 40 шт.

А.3.7 Колбы конические исполнения 2 по ГОСТ 25336–82 вместимостью 50 см^3 – 20 шт.

А.3.8 Стакан лабораторный стеклянный В-1-1000 ТС с мерной шкалой по ГОСТ 25336–82.

А.3.9 Цилиндр 1-го класса точности исполнения 1, по ГОСТ 1770–74, вместимостью 500 $см^3$.

А.3.10 Пипетки с одной меткой не ниже 1-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 29169–91 вместимостью: 1 $см^3$ – 3 шт., 2 $см^3$ – 3 шт., 5 $см^3$ – 3 шт., 10 $см^3$ – 2 шт., 20 $см^3$ – 2 шт.

А.3.11 Чашки ЧБН-1-100 (Петри) по ГОСТ 25336–82 – 10 шт.

А.3.12 Эксикатор исполнения 2 с диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336–82.

А.3.13 Низкотемпературная лабораторная электропечь типа SNOL 67/350.

А.4 Исходные компоненты для приготовления растворов из ГСО

А.4.1 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 11125–84 ос.ч.

А.4.2 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962–2013.

А.4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72.

А.4.4 Вода деионизованная на установке для финальной очистки воды по ГОСТ 25661–83 с удельным сопротивлением не менее 18,2 МОм.

А.4.3 Раствор азотной кислоты 1:1

В мерный стакан вместимостью 1000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ деионизованной воды, цилиндром вместимостью 500 $см^3$ отмеряют 500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и осторожно по каплям добавляют в мерный стакан. Используют при приготовлении градуировочных растворов.

А.4.4 Раствор азотной кислоты 1:200 (фоновый раствор)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 100 $см^3$ деионизованной воды, переносят 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1 доводят

деионизованной водой до метки. Используют при приготовлении градуировочных растворов.

А.5 Приготовление основных градуировочных растворов из РМ-2 ГСО 7272–96

А.5.1 Процедура приготовления основного градуировочного раствора СО1 массовой концентрацией 50 мг/дм^3 железа и 10,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка

А.5.1.1 Вскрывают ампулу стандартного образца РМ-2 никеля, свинца, марганца, цинка и железа. Содержимое ампулы выливают в чистый сухой стаканчик для взвешивания СВ-24/10, отбирают пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см^3 и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят до метки фоновым раствором.

А.5.1.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 50 мг/дм^3 железа и 10,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка.

А.5.2 Расчет погрешности приготовления основного градуировочного раствора СО1

Расчет погрешности приготовления раствора никеля, свинца, марганца, цинка с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 и железа – 50 мг/дм^3 проводят по формулам

$$\Delta_{CO1}^{Ni,Pb,Zn,Mn} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{Ni}}{\mu_{Ni}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{Pb}}{\mu_{Pb}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{Mn}}{\mu_{Mn}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{Zn}}{\mu_{Zn}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (А.1)$$

$$\Delta_{CO1}^{Fe} = 50 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{Fe}}{\mu_{Fe}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (А.2)$$

где Δ_{Fe} Δ_{Ni}, Δ_{Pb}, Δ_{Zn} Δ_{Mn} – погрешности аттестованных значений ГСО железа, никеля, свинца, цинка и марганца, мг;

μ_{Fe}, μ_{Ni}, μ_{Pb}, μ_{Zn} μ_{Mn} – массовая доля основного вещества, приписанная соответствующему реактиву, мг;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_2} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_2 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3.

Погрешность приготовления основного градуировочного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка и 50 мг/дм^3 железа

$$\Delta_{CO1}^{Ni,Pb,Zn,Mn} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,00206}{0,103}\right)^2 + \left(\frac{0,00204}{0,102}\right)^2 + \left(\frac{0,00202}{0,101}\right)^2 + \left(\frac{0,12}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2} =$$

$$= 0,352 \text{ мг/дм}^3,$$

$$\Delta_{CO1}^{Fe} = 50 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,01022}{0,511}\right)^2 + \left(\frac{0,12}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2} = 1,051 \text{ мг/дм}^3.$$

А.5.3 Процедура приготовления промежуточного градуировочного раствора СО2 с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 железа и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка

А.5.3.1 Отбирают 10 см^3 раствора СО1 пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.5.3.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка и 10 мг/дм^3 железа.

А.5.4 Расчет погрешности приготовления промежуточного стандартного раствора СО2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка

Расчет погрешности приготовления раствора железа с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_{CO2}^{Fe} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO1}^{Fe}}{C_{CO1}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.3)$$

где C_{CO1} - основной стандартный раствор с массовой концентрацией 50 мг/дм^3 железа;

Δ_{CO2}^{Fe} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 50 мг/дм^3 железа;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_3 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

$$\Delta_{CO2}^{Fe} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{1{,}051}{50}\right)^2 + \left(\frac{0{,}12}{50}\right)^2 + \left(\frac{0{,}04}{10}\right)^2} = 0{,}215 \text{ мг/дм}^3.$$

Расчет погрешности приготовления раствора никеля, свинца, марганца и цинка с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO1}^{Ni, Pb, Mn, Zn}}{C_{CO1}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.4)$$

где C_{CO1} - основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка;

$\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_3 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

$$\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,12}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10}\right)^2} = 0,071 \text{ мг/дм}^3.$$

А.6 Приготовление рабочих градуировочных растворов для атмосферных осадков

А.6.1 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 10 мкг/дм^3 железа и 2 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.6.1.1 Отбирают 200 мм^3 раствора CO2 дозатором типа ДПВ-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.6.1.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 10 мкг/дм^3 железа и 2 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.6.2 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 10 мкг/дм^3 железа и 2 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности проводят по формулам

$$\Delta_{10}^{Fe} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.5)$$

$$\Delta_{2}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.6)$$

где C_{CO2} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 50 мг/дм^3 железа и 10,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка.

Δ_{10}^{Fe} – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 50 мг/дм^3 железа;

$\Delta_{2}^{Ni,Pd,Mn,Zn}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка;

Δ_{V_4} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_4 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_5} – предельное значение возможного отклонения вместимости наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_5 – вместимость наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{10}^{Fe} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10000}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}151 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{2}^{Ni, Pb, Zn, Mn} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2000}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}030 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.6.3 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 25 мкг/дм^3 железа и 5 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.6.3.1 Отбирают 500 мм^3 раствора CO2 дозатором типа ДПВ-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.6.3.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 25 мкг/дм^3 железа и 5 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.6.4 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 25 мкг/дм^3 железа и 5 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{25}^{Fe} = 25 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.7)$$

$$\Delta_{5}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.8)$$

$$\Delta_{25}^{Fe} = 25 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10000}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}377 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{5}^{Ni, Pb, Zn, Mn} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2000}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}075 \text{ мкг/дм}^3$$

А.6.5 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 50 мкг/дм^3 железа и 10 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.6.5.1 Отбирают 1000 мм^3 раствора CO2 дозатором типа ДПВ-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.6.5.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 50 мкг/дм^3 железа и 10 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.6.6 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 50 мкг/дм^3 железа и 10 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности приготовления производят по формулам

$$\Delta_{50}^{Fe} = 50 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.9)$$

$$\Delta_{10}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.10)$$

$$\Delta_{50}^{Fe} = 50 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10000}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}754 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{10}^{Ni, Pb, Zn, Mn} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2000}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}150 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.6.7 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 100 мкг/дм^3 железа и 20 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.6.7.1 Отбирают 2 см^3 раствора CO2 пипеткой с одной меткой вместимостью 2,0 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.6.7.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 100 мкг/дм^3 железа и 20 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.6.8 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 100 мкг/дм^3 железа и 20 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{100}^{Fe} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.11)$$

$$\Delta_{20}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.12)$$

$$\Delta_{100}^{Fe} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,215}{10000}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{0,02}{2}\right)^2} = 1,01 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{20}^{Ni, Pb, Zn, Mn} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,071}{2000}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{0,02}{2}\right)^2} = 0,20 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.6.9 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 200 мкг/дм^3 железа и 40 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.6.9.1 Отбирают 4 см^3 раствора CO2 градуированной пипеткой вместимостью 5,0 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.6.9.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 200 мкг/дм^3 железа и 40 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.6.10 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 200 мкг/дм^3 железа и 40 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{200}^{Fe} = 200 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.13)$$

$$\Delta_{40}^{Ni, Pb, Mn, Zn} = 40 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni, Pb, Mn, Zn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.14)$$

$$\Delta_{200}^{Fe} = 200 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,215}{10000}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{0,05}{5}\right)^2} = 2,02 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{40}^{Ni, Pb, Zn, Mn} = 40 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,071}{2000}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{0,05}{5}\right)^2} = 0,40 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.6.11 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 60 мкг/дм^3 никеля

А.6.11.1 Отбирают 5 см^3 раствора CO2 градуированной пипеткой вместимостью 5,0 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.6.11.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 60 мкг/дм^3 никеля

А.6.12 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 60 мкг/дм^3 никеля

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{60}^{Ni} = 60 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.15)$$

$$\Delta_{60}^{Ni,} = 60 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,071}{2000}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{0,05}{5}\right)^2} = 0,61 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.7 Приготовление градуировочных растворов из РМ-3 ГСО 7325-96

А.7.1 Процедура приготовления основного градуировочного раствора СО3 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди

А.7.1.1 Вскрывают ампулу стандартного образца РМ-3 кадмия, хрома и меди. Содержимое ампулы выливают в чистый сухой стаканчик для взвешивания СВ-24/10, отбирают 5 см^3 пипеткой с одной меткой и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят до метки фоновым раствором.

А.7.1.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди.

А.7.2 Расчет погрешности приготовления основного стандартного раствора СО3 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия хрома и меди

Расчет погрешности приготовления раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди проводят по формуле

$$\Delta_{CO3}^{Cd,Cr,Cu} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{Cd}}{\mu_{Cd}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{Cr}}{\mu_{Cr}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{Cu}}{\mu_{Cu}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2}, \quad (А.16)$$

где Δ_{Cd}, Δ_{Cr}, Δ_{Cu} – погрешности аттестованных значений ГСО кадмия, хрома и меди соответственно, мг;

μ_{Cd}, μ_{Cr}, μ_{Cu} – массовая доля основного вещества, приписанная соответствующему реактиву, г;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_2} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_2 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3.

$$\Delta_{CO3}^{Cd,Cr,Cu} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,00202}{0,101}\right)^2 + \left(\frac{0,00206}{0,103}\right)^2 + \left(\frac{0,0020}{0,100}\right)^2 + \left(\frac{0,12}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5}\right)^2} =$$

$$= 0,352 \text{ мг/дм}^3$$

А.7.3 Процедура приготовления промежуточного стандартного раствора СО4 с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди

А.7.3.1 Отбирают 10 см^3 раствора СО3 пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.7.3.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди.

А.7.4 Расчет погрешности приготовления промежуточного стандартного раствора СО4 с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди

Расчет погрешности приготовления раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди проводят по формуле

$$\Delta_{CO4}^{Cd,Cr,Cu} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO3}^{Cd,Cr,Cu}}{C_{CO3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.17)$$

где C_{CO3} - основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

$\Delta_{CO3}^{Cd,Cr,Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_3 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

$$\Delta_{CO4}^{Cd,Cr,Cu} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,12}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10}\right)^2} = 0,071 \text{ мг/дм}^3.$$

А.7.5 Процедура приготовления промежуточного стандартного раствора СО5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди

А.7.5.1 Отбирают 10 см^3 раствора СО3 пипеткой с одной отметкой вместимостью 10 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.7.5.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 0,5 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди.

А.7.6 Расчет погрешности приготовления промежуточного стандартного раствора СО5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди

Расчет погрешности приготовления раствора кадмия, хрома и меди с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_{CO5}^{Cd,Cr,Cu} = 0,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO3}^{Cd,Cr,Cu}}{C_{CO3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.18)$$

где C_{CO3} – основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

$\Delta_{CO3}^{Cd,Cr,Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_3 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

$$\Delta_{CO5}^{Cd,\,Cr,\,Cu} = 0{,}5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{0{,}04}{10}\right)^2} = 0{,}018 \text{ мг/дм}^3.$$

А.8 Приготовление рабочих градуировочных растворов с массовыми концентрациями 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди

А.8.1 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди

А.8.1.1 Отбирают 200 мм^3 раствора СО4 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.8.1.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 2 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди.

А.8.2 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора кадмия, хрома и меди с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_2^{Cd,\,Cr,\,Cu} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO4}^{Cd,\,Cr,\,Cu}}{C_{CO4}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.19)$$

где C_{CO4} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

$\Delta_{CO4}^{Cd, Cr.Cu}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, см^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, см^3;

$$\Delta_2^{Cd, Cr, Cu} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}071 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.8.3 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 5,0 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди

А.8.3.1 Отбирают 500 мм^3 раствора СО4 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.8.3.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 5,0 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди.

А.8.4 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 5,0 мкг/дм^3 кадмия, хрома и меди

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора хрома и меди с массовой концентрацией 5,0 мкг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_5^{Cd, Cr, Cu} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO4}^{Cd, Cr, Cu}}{C_{CO4}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.20)$$

где C_{CO4} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

$\Delta_{CO4}^{Cd,Cr,Cu}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-, мм^3;

$$\Delta_5^{Cd,Cr,Cu} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0,19 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.8.5 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.8.5.1 Отбирают 200 мм^3 раствора СО3 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.8.5.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.8.6 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди проводят по формуле

$$\Delta_{10}^{Cr,Cu} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO3}^{Cr,Cu}}{C_{CO3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.21)$$

где C_{CO3} – основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди;

$\Delta_{CO3}^{Cr,Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{10}^{Cr,Cu} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0,38 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.8.7 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.8.7.1 Отбирают 400 мм^3 раствора СО3 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.8.7.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.8.8 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди проводят по формуле

$$\Delta_{20}^{Cr,Cu} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO3}^{Cr,Cu}}{C_{CO3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.22)$$

где $C_{СО3}$ – основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{СО3}^{Cr,Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{20}^{Cr,Cu} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0{,}77 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.8.9 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.8.9.1 Отбирают 600 мм^3 раствора СО3 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.8.9.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.8.10 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди проводят по формуле

$$\Delta_{30}^{Cr,Cu} = 30 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{СО3}^{Cr,Cu}}{C_{СО3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.23)$$

где C_{CO3} – основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{CO3}^{Cr,Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} - предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{30}^{Cr,Cu} = 30 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 1,15 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.9 Приготовление рабочих градуировочных растворов с массовыми концентрациями 0,10; 0,25; 0,50; 1,00; 2,00 мкг/дм^3 кадмия

А.9.1 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,10 мкг/дм^3 кадмия

А.9.1.1 Отбирают 40 мм^3 раствора СО5 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 40 до 200 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.9.1.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 0,10 мкг/дм^3.

А.9.2 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,10 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,10 мкг/дм^3 кадмия проводят по формуле

$$\Delta_{0.1}^{Cd} = 0{,}10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO5}^{Cd}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.24)$$

где C_{CO5} – промежуточный стандартный раствор кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{CO5}^{Cd} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{0,1}^{Cd} = 0{,}1 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}018}{0{,}5}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{4}{200}\right)^2} = 0{,}004 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.9.3 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,25 мкг/дм^3 кадмия

А.9.3.1 Отбирают 100 мм^3 раствора CO5 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 40 до 200 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.9.3.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 0,25 мкг/дм^3.

А.9.4 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,25 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,25 мкг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta^{Cd}_{0.25} = 0{,}25 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta^{Cd}_{CO5}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.25)$$

где C_{CO5} – промежуточный стандартный раствор кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ^{Cd}_{CO5} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta^{Cd}_{0,25} = 0{,}25 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}018}{0{,}5}\right)^2 + \left(\frac{0{,}3}{200}\right)^2 + \left(\frac{4}{200}\right)^2} = 0{,}010 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.9.5 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,5 мкг/дм^3 кадмия

А.9.5.1 Отбирают 200 мм^3 раствора СО5 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 20 до 200 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.9.5.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 0,5 мкг/дм^3.

А.9.6 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,5 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,5 мкг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_{0.5}^{Cd} = 0,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO5}^{Cd}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (A.26)$$

где C_{CO5} – промежуточный стандартный раствор кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{CO5}^{Cd} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{0,5}^{Cd} = 0,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{4}{200}\right)^2} = 0,021 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.9.7 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 1,0 мкг/дм^3 кадмия

А.9.7.1 Отбирают 400 мм^3 раствора СО5 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.9.7.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 1,0 мкг/дм^3.

А.9.8 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 1,0 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора кадмия с массовой концентрацией 1,0 мкг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_{1,0}^{Cd} = 1,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO5}^{Cd}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.27)$$

где C_{CO5} - промежуточный стандартный раствор кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{CO5}^{Cd} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{1,0}^{Cd} = 1 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0,039 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.9.9 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 кадмия

А.9.9.1 Отбирают 800 мм^3 раствора СО5 дозатором типа ДВП-1 со сменным наконечником от 200 до 1000 мм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят до метки фоновым раствором.

А.9.9.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 2,0 мкг/дм^3.

А.9.10 Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления градуировочного раствора кадмия с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 проводят по формуле

$$\Delta_{2,0}^{Cd} = 2,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO5}^{Cd}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.28)$$

где C_{CO5} - промежуточный стандартный раствор кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{CO5}^{Cd} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной колбы, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{2,0}^{Cd} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,3}{200}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 0,078 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.10 Приготовление рабочих градуировочных растворов для аэрозолей с массовыми концентрациями 10,0; 25,0; 50,0; 100,0; 200,0 мкг/дм^3 железа, 5,0; 10,0; 20,0; 40,0 и 60,0 мкг/дм^3 никеля и 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 40,0 мкг/дм^3 свинца, марганца, цинка

А.10.1 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 10,0 мкг/дм^3 железа и 2,0 мкг/дм^3 свинца, марганца, цинка

А.10.1.1 Помещают чистый фильтр в чашу Петри, в центр фильтра дозатором типа ДВП-1 вносят 0,2 см^3 ректификованного этилового спирта. Затем дозатором типа ДВП-1 на фильтр вносят 20 мм^3 раствора СО2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа, и 2,0 мг/дм^3 свинца, марганца и цинка. Высушивают фильтр в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в

эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.10.1.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 10,0 мкг/дм^3 железа и 2,0 мкг/дм^3 свинца, марганца, цинка.

А.10.2 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 10,0 мкг/дм^3 железа и 2,0 мкг/дм^3 свинца, марганца, цинка

Расчет погрешности для аэрозолей проводят по формулам

$$\Delta_{10\,a}^{Fe} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \qquad (А.29)$$

$$\Delta_{2a}^{Pb,\,Zn,\,Mn} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Pb,\,Zn,\,Mn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}. \qquad (А.30)$$

где C_{CO2} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 свинца, марганца, цинка и 50 мг/дм^3 железа;

Δ_{CO2}^{Fe} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией железа 50 мг/дм^3;

$\Delta_{CO2}^{Pb,\,Zn,\,Mn}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 свинца, марганца, цинка;

Δ_{V_4} – предельное значение возможного отклонения вместимости пипетки с одной меткой, см^3;

V_4 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_5} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_5 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{10a}^{Fe} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,215}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 0,64 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{2a}^{Pb,\,Zn,Mn} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 0,14 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.10.3 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 25,0 мкг/дм^3 железа и 5,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.10.3.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 50 мм^3 раствора CO2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа, и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца и цинка. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}C. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.10.3.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 25,0 мкг/дм^3 железа и 5,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.10.4 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 25,0 мкг/дм^3 железа и 5,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{25_a}^{Fe} = 25 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \qquad (А.31)$$

$$\Delta_{5a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \qquad (A.32)$$

$$\Delta_{25a}^{Fe} = 25 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 1{,}59 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{5a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 0{,}35 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.10.5 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 50,0 мкг/дм^3 железа и 10,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.10.5.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 100 мм^3 раствора CO2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа, и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца и цинка. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}C. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.10.5.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 50 мкг/дм^3 железа и 10 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца.

А.10.6 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 50,0 мкг/дм^3 железа и 10,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{50a}^{Fe} = 50 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.33)$$

$$\Delta_{10a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (A.34)$$

$$\Delta_{50a}^{Fe} = 50 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{200}\right)^2} = 1{,}19 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{10a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{200}\right)^2} = 0{,}37 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.10.7 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 100,0 мкг/дм^3 железа и 20,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, цинка, марганца

А.10.7.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 200 мм^3 раствора CO2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа, и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца и цинка. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}C. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.10.7.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 100,0 мкг/дм^3 железа и 20,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка.

А.10.8 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 100,0 мкг/дм^3 железа и 20,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{100a}^{Fe} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.35)$$

$$\Delta_{20a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.36)$$

$$\Delta_{100a}^{Fe} = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{200}\right)^2} = 2{,}38 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{20a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,Mn} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{200}\right)^2} = 0{,}74 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.10.9 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 200,0 мкг/дм^3 железа и 40,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка

А.10.9.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 400 мм^3 раствора CO2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа, и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца и цинка. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}C. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной

меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.10.9.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 200,0 мкг/дм^3 железа и 40,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка.

А.10.10 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовыми концентрациями 200,0 мкг/дм^3 железа и 40,0 мкг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка.

Расчет погрешности приготовления проводят по формулам

$$\Delta_{200a}^{Fe} = 200 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Fe}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.37)$$

$$\Delta_{40a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,\,Mn} = 40 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni,\,Pb,\,Zn,\,Mn}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.38)$$

$$\Delta_{200a}^{Fe} = 200 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}215}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 5{,}25 \text{ мкг/дм}^3,$$

$$\Delta_{40a}^{Ni,\,Pb,\,Zn,\,Mn} = 40 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 1{,}54 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.10.11 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 60 мкг/дм^3 никеля

А.10.11.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 600 мм^3 раствора CO2 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 железа, и 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца и цинка. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3

этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.10.11.2 Полученному раствору никеля приписывают массовую концентрацию 60 мкг/дм^3.

А.10.12 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 60,0 мкг/дм^3 никеля

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{60a}^{Ni} = 60 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO2}^{Ni}}{C_{CO2}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_5}}{V_5}\right)^2}, \quad (А.39)$$

$$\Delta_{60a}^{Ni} = 60 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{15}{1000}\right)^2} = 2,31 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.11 Приготовление рабочих градуировочных растворов для аэрозолей с массовыми концентрациями 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.11.1 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.11.1.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 20 мм^3 раствора СО4 с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.11.1.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 2,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.11.2 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{2a}^{Cr,Cu} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO4}^{Cr,Cu}}{C_{CO4}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.40)$$

где C_{CO4} - промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{CO4}^{Cr.Cu}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{2a}^{Cr,Cu} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 0{,}14 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.11.3 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 5,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.11.3.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 50 мм^3 раствора СО4 с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу

вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.11.3.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 5,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.11.4 Расчет погрешности рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 5,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{5a}^{Cr,Cu} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO4}^{Cr,Cu}}{C_{CO4}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.41)$$

где C_{CO4} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{CO4}^{Cr.Cu}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{5a}^{Cr,Cu} = 5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 0{,}35 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.11.5 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.11.5.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 20 мм^3 раствора СО3 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и

меди. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.11.5.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.11.6 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 10,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{10a}^{Cr,Cu} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO4}^{Cr,Cu}}{C_{CO4}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.42)$$

где C_{CO4} - промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{CO4}^{Cr.Cu}$ – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{10a}^{Cr,Cu} = 10 \cdot \sqrt{\left(\frac{0{,}071}{2}\right)^2 + \left(\frac{0{,}03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 0{,}70 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.11.7 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.11.7.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 40 мм^3 раствора СО3 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.11.7.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.11.8 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 20,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{20a}^{Cr,Cu} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO3}^{Cr,Cu}}{C_{CO3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.43)$$

где C_{CO3} - основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{CO3}^{Cr.Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{20a}^{Cr,Cu} = 20 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{3}{50}\right)^2} = 1,39 \text{ мкг/дм}^3 .$$

А.11.9 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди

А.11.9.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 60 мм^3 раствора СО3 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.11.9.2 Полученному раствору приписывают массовую концентрацию 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди.

А.11.10 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 30,0 мкг/дм^3 хрома и меди

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{30a}^{Cr,Cu} = 30 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO3}^{Cr,Cu}}{C_{CO3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2} , \qquad (А.44)$$

где C_{CO3} - основной стандартный раствор с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

$\Delta_{CO3}^{Cr.Cu}$ – погрешность приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 хрома и меди;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{30a}^{Cr,Cu} = 30 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,352}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{100}\right)^2} = 1,21 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.12 Приготовление рабочих градуировочных растворов для аэрозолей с массовыми концентрациями 0,10; 0,25; 0,50; 1,00 и 2,00 мкг/дм^3 кадмия

А.12.1 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора для аэрозолей с массовой концентрацией 0,10 мкг/дм^3 кадмия

А.12.1.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 4 мм^3 раствора СО5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.12.1.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 0,10 мкг/дм^3.

А.12.2 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,10 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{0,1a}^{Cd} = 0,1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO5}^{Cd}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (A.45)$$

где C_{CO5} - промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 кадмия;

Δ_{CO5}^{Cd} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{0,1a}^{Cd} = 0,1 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{10}\right)^2} = 0,02 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.12.3 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,25 мкг/дм^3 кадмия

А.12.3.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 10 мм^3 раствора СО5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.12.3.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 0,25 мкг/дм^3.

А.12.4 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,25 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta^{Cd}_{0,25a} = 0,25 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta^{Cd}_{CO5}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \quad (А.46)$$

где C_{CO5} - промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 кадмия;

Δ^{Cd}_{CO5} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta^{Cd}_{0,25a} = 0,25 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{50}\right)^2} = 0,013 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.12.5 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,50 мкг/дм^3 кадмия

А.12.5.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 20 мм^3 раствора CO5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В

колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.12.5.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 0,50 мкг/дм^3.

А.12.6 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 0,50 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta^{Cd}_{0,5a} = 0,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta^{Cd}_{CO5}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.47)$$

где C_{CO5} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 кадмия;

Δ^{Cd}_{CO5} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta^{Cd}_{0,5a} = 0,5 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{50}\right)^2} = 0,027 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.12.7 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 1,00 мкг/дм^3 кадмия

А.12.7.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 40 мм^3 раствора СО5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия.

Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.12.7.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 1,00 мкг/дм^3.

А.12.8 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 1,00 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta_{1,0a}^{Cd} = 1,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{CO5}^{Cd}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.48)$$

где C_{CO5} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 кадмия;

Δ_{CO5}^{Cd} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора кадмия с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки с одной меткой, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{1,0a}^{Cd} = 1,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{50}\right)^2} = 0,054 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.12.9 Процедура приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,00 мкг/дм^3 кадмия

А.12.9.1 На подготовленный согласно А.10.1 чистый фильтр дозатором типа ДВП-1 вносят 80 мм^3 раствора СО5 с массовой концентрацией 0,5 мг/дм^3 кадмия. Высушивают в низкотемпературной лабораторной электропечи типа SNOL 67/350 при температуре 105 ^{0}С. Закрывают чашки Петри крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 24 ч. Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, смачивают 1 см^3 этилового спирта ректификованного. В колбу с фильтром пипеткой с одной меткой вместимостью 20 см^3 приливают 20 см^3 фонового раствора, тщательно взбалтывают и оставляют на сутки.

А.12.9.2 Полученному раствору кадмия приписывают массовую концентрацию 2,00 мкг/дм^3.

А.12.10 Расчет погрешности приготовления рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией 2,00 мкг/дм^3 кадмия

Расчет погрешности приготовления проводят по формуле

$$\Delta^{Cd}_{2,0a} = 2,0 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta^{Cd}_{CO5}}{C_{CO5}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2}, \qquad (А.49)$$

где C_{CO5} – промежуточный стандартный раствор с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 кадмия;

Δ^{Cd}_{CO5} – погрешность приготовления промежуточного стандартного раствора с массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 кадмия;

Δ_{V_1} – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной пипетки с одной меткой от номинального значения, см^3;

V_1 – вместимость мерной пипетки, см^3;

Δ_{V_3} – предельное значение возможного отклонения вместимости сменного наконечника дозатора типа ДВП-1 от номинального значения, мм^3;

V_3 – вместимость сменного наконечника дозатора типа ДВП-1, мм^3;

$$\Delta_{2,0a}^{Cd} = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{20}\right)^2 + \left(\frac{2}{100}\right)^2} = 0,08 \text{ мкг/дм}^3.$$

А.13 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.14 Требования к квалификации операторов

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним специальным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее года.

А.15 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованного раствора, массовой концентрации металла в растворе, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.16 Условия хранения

А.16.1 Основной стандартный раствор СО1 с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца и цинка и 50 мг/дм^3 железа хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде в течение 1 года.

А.16.2 Основной стандартный раствор СО3 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди хранят в плотно закрытых полиэтиленовых сосудах в течение 1 года.

А.16.3 Промежуточные стандартные растворы СО2 с массовой концентрацией 2,0 мг/дм^3 никеля, свинца, марганца, цинка и 10,0 мг/дм^3 железа,

СО4 и СО5 с массовой концентрацией 2,0 и 0,5 мг/дм^3 кадмия, хрома и меди хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде в течение 6 мес.

А.16.4 Рабочие градуировочные растворы с массовыми концентрациями: 10; 25; 50; 100; 200 мкг/дм^3 – железа; 5; 10; 20; 40; 60 мкг/дм^3 – никеля; 2; 5;10; 20; 30 мкг/дм^3 – марганца, меди и хрома; 2; 5; 10; 20; 40 мкг/дм^3 – свинца и цинка; 0,10; 0,25; 0,50; 1,00; 2,00 мкг/дм^3 – кадмия хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 3 мес.

Библиография

[1] Д.В. Сивухин Атомная и ядерная физика // Общий курс физики. — М.: Физматлит, 2002. — Т. 5. — 784 с.

[2] А.А. Пупышев Атомно-абсорбционный спектральный анализ: — Москва, Техносфера, 2009 г. — 784 с.

[3] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. – Л.: Гидрометеоиздат, 1983 г.

[4] Спектрометр атомно-абсорбционный «КВАНТ — Z.ЭТА». Техническое описание и инструкция по эксплуатации. ГКНЖ.09.00.000 ТО. – ООО «КОРТЭК», 2001 г.

Ключевые слова: атмосферные осадки, аэрозоли, спектрометр, атомно-абсорбционный метод, электротермическая атомизация, лампы с полым катодом, атомизатор, модификатор, основной стандартный раствор, рабочий градуировочный раствор, градуировочная зависимость, массовая концентрация металлов, показатель повторяемости, показатель воспроизводимости

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изм.	введения изм.

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

344090, г. Ростов-на-Дону
пр. Стачки, 198

Факс: (863) 222-44-70
Телефон (863) 297-51-63
E-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики измерений № С35.882.RA.RU.311345-2019

Методика измерений массовой концентрации свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа в атмосферных осадках и аэрозолях атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией,

разработанная Федеральным государственным бюджетным учреждением «Главная геофизическая обсерватория им. А.И. Воейкова» (ФГБУ «ГГО»), ул. Карбышева, д. 7, Санкт-Петербург, 194021

и регламентированная РД 52.04.882-2019 «Массовая концентрация свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа в атмосферных осадках и аэрозолях. Методика измерений атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией» на 80 с.,

аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга от 15.12.2015 № 4091 «Об утверждении порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения» и ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов экспериментальных исследований.

Показатели повторяемости и воспроизводимости, правильности и точности приведены в приложении на 2 л., являющихся неотъемлемой частью настоящего свидетельства.

Директор М.М. Трофимчук

Главный метролог А.А. Назарова

Дата выдачи свидетельства 05.12.2019

Соответствие
[illegible] директора
[illegible]

Приложение

к свидетельству № С35.882.RA.RU.311345-2019

об аттестации методики измерений массовой концентрации свинца, кадмия, марганца, никеля, меди, хрома, цинка и железа в атмосферных осадках и аэрозолях атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих для атмосферных осадков при доверительной вероятности P=0,95

Наименование металла	Диапазон измерений массовой концентрации металла X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\delta$, мкг/дм^3
Железо	От 10,0 до 200 включ.	0,07•X	0,08•X	0,04•X	0,15•X
Кадмий	От 0,10 до 2,0 включ.	0,09•X	0,09•X	0,05•X	0,19•X
Марганец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,06•X	0,07•X	0,09•X	0,14•X
Медь	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,05•X	0,15•X
Никель	От 5,0 до 60,0 включ.	0,06•X	0,06•X	0,01•X	0,12•X
Свинец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,06•X	0,06•X	0,08•X	0,13•X
Хром	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,15•X
Цинк	От 2,0 до 40,0 включ.	0,06•X	0,07•X	0,08•X	0,15•X

Т а б л и ц а 2 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих для аэрозолей при доверительной вероятности P=0,95

Наименование металла	Диапазон измерений массовой концентрации металла X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\delta$, мкг/дм^3
Железо	От 10,0 до 200 включ.	0,08•X	0,08•X	0,08•X	0,18•X
Кадмий	От 0,10 до 2,0 включ.	0,09•X	0,10•X	0,23•X	0,30•X
Марганец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,05•X	0,05•X	0,08•X	0,13•X
Медь	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,17•X
Никель	От 5,0 до 60,0 включ.	0,06•X	0,06•X	0,08•X	0,14•X
Свинец	От 2,0 до 40,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,16•X
Хром	От 2,0 до 30,0 включ.	0,07•X	0,07•X	0,08•X	0,15•X
Цинк	От 2,0 до 40,0 включ.	0,08•X	0,07•X	0,08•X	0,17•X

При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений методом добавок на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.04.882-2019.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Начальник. ИАЦ ЗА ФГБУ «ГГО», канд. ф.-м. наук А.И. Полищук

gost.e-ecolog.ru