МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ДЕПАРТАМЕНТ ХИМИКО – ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО
И ЛЕСОПРОМЫШЛЕННОГО КОМПЛЕКСА

ГОЛОВНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
АО «ОРГМИН»

БАЗОВАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
ООО НТФ «ХРОМОС»

УТВЕРЖДАЮ	**СОГЛАСОВАНО**
Генеральный директор	**Генеральный директор**
ООО НТФ «Хромос»	**АО «ОРГМИН»**
_____ **М.Т. Джапаридзе**	_____ **И.В. Панов**
"24" января 2017 г.	**"24" января 2017 г.**

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ (МАССОВОЙ ДОЛИ) ДОЛИ РТУТИ ОБЩЕЙ В ПОЧВАХ, ГРУНТАХ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ, ИЛЕ, ОСАДКАХ СТОЧНЫХ ВОД, ШЛАМАХ, ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ ОТХОДАХ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ

Р 7б/191 -2016

Методика допущена к применению в сфере государственного регулирования

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2018.30880.

МОСКВА 2017 г.

gost.e-ecolog.ru

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом АО «ОРГМИН».

Протокол заседания НТС АО «ОРГМИН» №1 от 24 января 2017г

Методика аттестована Федеральным Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»).

Свидетельство об аттестации **№ 205-04/RA.RU.311787-2016/2017** от 1 марта 2017 года.

Номер в реестре аттестованных методик Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений: ФР 1.31.2018.30880.

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Разработчик:
ООО НТФ «Хромос»
Адрес: 115088, г. Москва, ул. Угрешская, д. 2
Телефон/факс: (499) 126-42-52
моб. (906) 086-21-49
e-mail: gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика **преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.**

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации (массовой доли) ртути общей в почвах, грунтах, донных отложениях, иле, осадках сточных вод, шламах, твердых и жидких отходах производства и потребления атомно-абсорбционным методом.

Диапазон измерений массовой концентрации ртути общей от 0,05 до 100000 мг/дм^3; массовой доли – от 0,05 до 100000 млн$^{-1}$ (мг/кг) или от 0,000005 до 10,0 %.

С целью полного извлечения солей ртути и устранения мешающего влияния органических составляющих проводится минерализация пробы.

Данная методика применяется при массовой концентрации растворенных нефтепродуктов с температурой кипения свыше 200 °С не более 25 мг/дм^3.

Допускается пересчет массовой концентрации (массовой доли) общей ртути на сухое вещество с учетом влажности исследуемых проб.

2 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1- Метрологические характеристики

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) ртути общей			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
	мг/дм^3	млн$^{-1}$	%				
Почвы, грунты, донные отложения, ил, осадки сточных вод, шламы, твердые и жидкие отходы	От 0,05 до 100000 включ.	От 0,05 до 100000 включ.	От 0,000005 до 10 включ.	25	6	12	17

3 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОМУ ОБОРУДОВАНИЮ, ПОСУДЕ, РЕАКТИВАМ И МАТЕРИАЛАМ

3.1 Средства измерений

3.1.1 Атомно-абсорбционный спектрофотометр, любого типа (например анализатор ртути модели "Юлия-2" по ТУ 95-1906-89, модели «Юлия-5КМ» по ТУ 414217001-12974799-03) обеспечивающий измерения при длине волны 253,7 нм.

3.1.2 pH-метр универсальный любого типа, обеспечивающий измерение pH в диапазоне 1-14 ед. pH с абсолютная погрешностью не более ±0,05 ед.pH.

3.1.3 Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ OIML R 76-1-2011

3.1.4 Колбы мерные 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2, 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

3.1.5 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-2, 1-2-5, 1-2-25 по ГОСТ 29169-91.

3.1.6 Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5 по ГОСТ 29227-91.

3.1.7 Дозаторы пипеточные ДПВ 1-1-10 по ТУ 9452-001-33189998-95.

3.1.8 ГСО 7343-96 состава раствора ионов ртути (II), с массовой концентрацией ионов ртути (0,95 - 1,05) мг/см^3, относительная погрешность аттестованного значения ± 1,0 % при P=0,95.

3.2 Вспомогательное оборудование и посуда

3.2.1 Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром (например ШСС или СНОЛ) по ТУ 64-1-909-80, позволяющий поддерживать температуру нагрева (105±2) °С.

3.2.2 Стаканчики для взвешивания СВ-14/8, СВ-24/10 (бюксы) по ГОСТ 25336-82.

3.2.3 Воронки стеклянные В-75-110, В-100-150 по ГОСТ 25336-82.

3.2.4 Колбы конические Кн-1-50-29/32 ТХС по ГОСТ 25336-82.

3.2.5 Стаканы В-1-100 ТС, В-1-250 ТС по ГОСТ 25336-82.

3.2.6 Холодильники воздушные ХПТ-1-100-14/23 ХС по ГОСТ 25336-82.

3.2.7 Аппарат для встряхивания проб.

3.2.8 Баня песчаная.

3.2.9 Плитка электрическая закрытого типа по ГОСТ 14919-83.

3.2.10 Емкости стеклянные для отбора и хранения проб, вместимостью не менее 1000 см^3.

3.2.11 Часы или таймер.

3.3 Реактивы и материалы

3.3.1 Азотная кислота, квалификации «х.ч», по ГОСТ 4461-77.

3.3.2 Гидроксиламина гидрохлорид (гидроксиламин солянокислый), квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 5456-79.

3.3.3 Калий двухромовокислый, квалификации «х.ч» по ГОСТ 4220-75.

3.3.4 Калий марганцовокислый, квалификации «ч.д.а» по ГОСТ 20490-75.

3.3.5 Кальций хлористый кальцинированный (в гранулах) по ГОСТ 450-77.

3.3.6 Олово двухлористое 2-водное, квалификации "ч.д.а" по ТУ 6-09-5393-88.

3.3.7 Серная кислота, квалификации «х.ч» по ГОСТ 4204-77.

3.3.8 Соляная кислота, квалификации «х.ч» по ГОСТ 3118-77.

3.3.9 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51999-2002 или ГОСТ 5962-2013.

3.3.10 Хлорная кислота, квалификации "х.ч" по ТУ 6-09-2878-84.

3.3.11 Этиловый эфир уксусной кислоты квалификации "х.ч" по ГОСТ 22300-76.

3.3.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.3.13 Уголь активированный по ГОСТ 6217-74.

3.3.14 Силикагель - индикатор по ГОСТ 8984-75.

3.2.15 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по ТУ 2642-001-68085491-2011.

3.3.16 Салфетки батистовые.

Примечание - Допускается применение других средств измерений утвержденного типа, вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов (в т.ч. импортных), метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных выше и обеспечивают нормируемую точность измерений.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на последовательном переводе всех форм ртути, находящихся в исследуемой пробе, в двухвалентное растворенное состояние, восстановлении ртути (II) до элементного состояния путем обработки хлоридом олова (II), отгонке ртути током газа при комнатной температуре и ее анализом в моноатомном парообразном состоянии методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии при длине волны 253,7 нм.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении анализов соблюдают требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 При работе с электроустановками соблюдают правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности по инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004-15.

5.5 Помещения лаборатории должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-08.

5.6 При проведении всех работ, связанных с использованием ртути и её соединений, следует также руководствоваться следующими документами:

- Приказ Главного государственного санитарного врача СССР от 31.12.1987 N 4545-87 «Методические рекомендации по контролю за организацией текущей и заключительной демеркуризацией и оценке ее эффективности».

- ГОСТ 12.3.031-83 - Система стандартов безопасности труда. Работы со ртутью. Требования безопасности. (он для работы именно со ртутью, нга соединения со ртутью не распротсраняентся)

- Санитарные правила при работе со ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением (утверждены Главным государственным санитарным врачом СССР 04.04.1988 N 4607-88).

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование и (или) опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 15 до 25 ^{0}C;
- атмосферное давление — от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха, не более — 80 %;
- напряжение переменного тока, В — (220^{+22}_{-33});
- частота переменного тока, Гц — (50±1).

8 ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

8.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01-83 «Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.4.02-84 «Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа», ГОСТ 27753.1-88 «Грунты тепличные. Методы отбора проб», ГОСТ 17.1.5.01-80 «Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность», а также в соответствии с методическими рекомендациями ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-03 «Отбор проб почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, шламов промышленных сточных вод, отходов промышленного производства и потребления» и другими нормативными документами утвержденными и применяемыми в установленном порядке.

8.2. Отбор проб технологических отходов

Пробы жидких технологических отходов отбирают с учетом конструкций технологического оборудования, аппаратов, емкостей временного накопления и хранения.

Пробы с технологических площадок накопления и временного хранения твердых, сыпучих отходов отбирают с учетом конструктивных особенностей (глубины, объема, доступности) послойно и не менее чем с пяти точек.

Общий объем отобранных жидких проб должен быть не менее 2 $дм^3$.

Общая масса отобранных твердых проб должна быть не менее 1 кг

Примечание - Если технологическим регламентом предусмотрены иные требования к отбору проб из технологического оборудования, то пробы отбирают с учетом этих требований, а так же с учетом требований к материалу пробоотборников, емкостей для хранения проб, герметичности и т.д.

8.3 Транспортировка и хранение проб.

При транспортировке пробы предохраняют от нагревания.

Пробы хранят в стеклянных сосудах с плотно закрывающейся крышкой не более 1 суток при температуре (4 ± 1) °С или 30 суток после проведения работ по 10.3 при температуре (4 ± 1) °С в колбах с притертыми пробками.

8.4 Подготовка представительной пробы твердых объектов (почв, грунтов, отходов, осадков, шламов и т.д.).

8.4.1. Пробы твердых объектов (почв, грунтов, отходов, осадков и шламов с иловых и шламовых площадок и т.д.), отобранные в соответствии с 8.1, 8.2, тщательно измельчают и перемешивают до однородного состояния следующим образом:

объединенную пробу (не менее 1 кг) тщательно перемешивают перекатыванием на гладкой, гибкой и плотной подстилке (клеёнка, полиэтиленовая пленка), разравнивают совком, а затем осматривают и разрыхляют. В случае обнаружения частиц крупных частиц их измельчают с помощью пестика, шпателя, режут ножницами и т.д. до достижения размера менее 10 мм.

Примечания

1 Процедуры оценки размеров частиц регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики анализируемых объектов (рассев на ситах, оптические анализаторы, палетки – шаблоны, измерительные лупы и т.п.).

2 При наличии в пробах крупных неизмельчаемых объектов, непригодных для приготовления водных вытяжек, их изымают из пробы, и, при необходимости, проводят процедуры получения смывов, которые регламентируют внутренними документами лаборатории в зависимости от специфики объектов.

3 При анализе твёрдых сухих проб почв, не поддающихся измельчению в соответствии с процедурами, приведёнными в п. 8.4.1, процедуры измельчения проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 11454-15

8.4.2. Подготовленную по 8.4.1 пробу делят на две части. Одну из частей (не менее 0,5 кг) возвращают в ёмкость для хранения в качестве резервной пробы (срок и условия хранения в соответствии с 8.3), а оставшуюся часть (не менее 0,5 кг) пробы сокращают методом квадратирования. Для этого тщательно перемешанную пробу разравнивают на гладкой ровной поверхности на клеенке (или полиэтиленовой пленке) и делят на равные квадраты (6-9 квадратов). Затем из центра квадратов отбирают примерно одинаковые количества пробы, обеспечивая

захват всей толщины слоя, и объединяют их. Масса представительной пробы должна составлять не менее 120 г.

8.5 Подготовка проб жидких и пастообразных объектов (отходов, осадков, шламов и т.д.)

Пробы жидких и пастобразных объектов (отходов, осадков, шламов и т.д.), отобранные в соответствии с 8.1, 8.2, тщательно гомогенизируют и отбирают не менее 500 $см^3$ представительной пробы для анализа. Такой же объём пробы отбирают и хранят в качестве резервной (срок и условия хранения в соответствии с 8.3).

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Приготовление раствора для разбавления

9.1.1 Приготовление основного раствора бихромата калия с массовой концентрацией 40 г/$дм^3$

Навеску (10,00±0,01) г бихромата калия (результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака), высушенного в течение 2-х часов при температуре (140±2)°С, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Срок годности раствора - 6 месяцев.

В случае изменения окраски из желто-оранжевой в зеленую раствор не используют.

9.1.2 Приготовление рабочего разбавляющего раствора бихромата калия (раствор для разбавления)

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 250 – 300 $см^3$ дистиллированной воды, цилиндром вместимостью 50 $см^3$ вносят 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, пипеткой вместимостью 5 $см^3$ вносят 5 $см^3$ раствора бихромата калия с массовой концентрацией 40 г/$дм^3$ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор используют свежеприготовленным.

9.2 Приготовление градуировочных растворов ионов ртути (Hg II)

9.2.1 Приготовление основного градуировочного раствора ртути с массовой концентрацией иона ртути (Hg II) 0,1 мг/$см^3$(100 мкг/$см^3$)

Раствор готовят из ГСО состава раствора ртути. Пипеткой вместимостью 5 $см^3$ отбирают 5 $см^3$ раствора с массовой концентрацией ртути 1 мг/$см^3$ (1000 мкг/$см^3$), переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем раствора до метки раствором для разбавления.

Раствор хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой.

Срок годности раствора – 3 месяца.

9.2.2 Приготовление градуировочного раствора ртути с массовой концентрацией иона ртути (Hg II) 0,01 мг/см^3(10 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят 10 см^3 основного градуировочного раствора с массовой концентрацией иона ртути (Hg II) 0,1 мг/см^3(100 мкг/см^3), объем доводят до метки раствором для разбавления.

Раствор хранят в стеклянной посуде с притертой пробкой.

Срок годности раствора – 1 месяц.

9.2.3 Приготовление градуировочного раствора ртути с массовой концентрацией иона ртути (Hg II) 0,001 мг/см^3(1,0 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вместимостью 1,0 см^3 вносят 1,0 см^3 основного градуировочного раствора с массовой концентрацией иона ртути (Hg II) 0,1 мг/см^3(100 мкг/см^3), объем доводят до метки раствором для разбавления.

Раствор используют свежеприготовленным.

9.3 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

В термостойкой колбе смешивают отмеренные мерным цилиндром равные объемы концентрированной соляной кислоты и дистиллированной воды. Медленно перемешивают и охлаждают.

Раствор хранят в стеклянной посуде.

Срок годности раствора - 6 месяцев.

9.4 Приготовление раствора олова двухлористого с массовой долей 20 %

Навеску (20,00 ± 0,01) г олова двухлористого (результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака) переносят в стакан и растворяют в (30-40) см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Дают отстояться раствору (3-5) дней, до выпадения осадка. Затем раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки раствором соляной кислоты (1:1).

Срок хранения раствора – 1 год.

9.5 Приготовление раствора гидроксиламина солянокислого с массовой долей 10 %

Навеску (10,00±0,01)г гидроксиламина солянокислого (результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака) помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и прибавляют 90,0 см^3 дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 100 см^3. Раствор хорошо перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде.

Срок годности раствора - 3 месяца.

9.6 Приготовление раствора калия марганцовокислого с массовой долей 5 %

Навеску (5,00 ± 0,01) г калия марганцовокислого (результат взвешивания регистрируют до второго десятичного знака) помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 95,0 см^3 дистиллированной воды. Пипеткой вместимостью 1 см^3 добавляют 0,5 см^3 концентрированной соляной кислоты. Перемешивают до

полного растворения перманганата калия. Для улучшения процесса растворения можно использовать магнитную мешалку.

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Срок годности раствора - 6 месяцев.

9.7 Подготовка атомно-абсорбционного спектрофотометра к работе

9.7.1 Подготовка анализатора ртути «ЮЛИЯ-2» к работе

Подготовку и включение анализатора ртути и иономера проводят, руководствуясь указаниями, приведенными в технической документации.

Нажимают кнопку включения сети на анализаторе, при этом должен засветиться индикатор включения прибора. Включают измерительный блок (иономер).

Зажигают лампу анализатора, для чего кратковременно, в течение (0,5 - 1,0) сек., несколько раз нажимают кнопку запуска лампы. Открывают шторку и по свечению в кювете убеждаются в загорании лампы.

Закрывают шторку и проверяют на измерительном приборе установку нуля. Для иономера проверку установки нуля производят на диапазоне"4-9", предварительно нажав клавишу mV.

Открывают шторку и, вращением ручки «ГРУБО» анализатора, устанавливают на иономере стрелку прибора около середины основной шкалы (на цифровом табло измерительного блока цифру в интервале 50 - 60), после чего дают приборам прогреться в течение 30 минут.

Собирают газодинамическую схему анализатора (Приложение А, рис.1) согласно руководства по эксплуатации. Проверку герметичности газодинамической схемы проводят согласно руководства по эксплуатации.

9.7.2 Подготовка анализатора ртути «ЮЛИЯ-5КМ» к работе

Подготовку и включение анализатора проводят, руководствуясь указаниями, приведенными в технической документации.

Собирают газодинамическую схему анализатора (Приложение Б, рис.2) согласно руководства по эксплуатации. Проверку герметичности газодинамической схемы проводят согласно руководства по эксплуатации.

Примечание - В процессе эксплуатации анализаторов следят за чистотой кювет, пробирок, барботеров и кварцевых стекол. Для этого ежемесячно проводят чистку смесью, состоящей из 0,085 дм^3 этилового эфира и 0,015 дм^3 спирта этилового с помощью батистовой салфетки.

9.8 Градуировка анализатора ртути «ЮЛИЯ-2»

9.8.1.1 В конические колбы со шлифом вместимостью 50 см^3 соответствующей пипеткой вносят по 10 см^3 дистиллированной воды. Затем в колбы вносят последовательно градуировочные растворы с массовой концентрацией ртути 0,001 мг/см^3 (1,0 мкг/см^3) и 0,01 мг/см^3 (10 мкг/см^3) в соответствии с таблицей 2.

9.8.1.2 Проводят минерализацию градуировочных растворов. Для этого к каждой колбе присоединяют воздушный холодильник длиной (30 – 35) см. Через холодильник в каждую колбу вносят последовательно по 15 см^3 концентрированной азотной кислоты, по 2 см^3 концентрированной серной кислоты и по 1 см^3

концентрированной хлорной кислоты. Холодильник прикрывают пробкой. Колбы с растворами оставляют на 1-2 часа, а затем нагревают на песчаной бане в течение 3-4 часов, не допуская интенсивного выделения паров оксидов азота.

Таблица 2 Градуировочные растворы.

№ градуировочного раствора	Вместимость пипетки, $см^3$	Объем градуировочного раствора, $см^3$	Массовая концентрация ртути в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Содержание ионов ртути, мкг/ пробе
1 поддиапазон				
1 («холостая» проба)	-	0,0	1,0	0,0
2	0,1	0,05	1,0	0,05
3	0,1	0,1	1,0	0,1
4	1,0	0,2	1,0	0,2
5	1,0	0,4	1,0	0,4
6	1,0	0,5	1,0	0,5
7	1,0	0,6	1,0	0,6
8	1,0	0,8	1,0	0,8
9	1,0	0,9	1,0	0,9
10	1,0	1,0	1,0	1,0
2 поддиапазон				
11	1,0	0,10	10,0	1,0
12	1,0	0,12	10,0	1,2
13	1,0	0,5	10,0	5,0
14	1,0	0,9	10,0	9,0
15	2,0	1.2	10,0	12,0
16	5,0	1,5	10,0	15,0
17	5,0	1,8	10,0	18,0
18	5,0	2,0	10,0	20,0
19	5,0	2,5	10,0	25,0
20	5,0	3,0	10,0	30,0

9.8.1.3 Колбы снимают с песчаной бани и охлаждают. Охлажденные до комнатной температуры растворы переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, омывая пробку и воздушный холодильник дистиллированной водой. Доводят объем минерализованного раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

9.8.1.4 На иономере нажимают клавишу "4-9" и при нажатой клавише "mV" ручками «ГРУБО» и «ТОЧНО» устанавливают стрелку прибора на цифру 100 по верхней шкале.

9.8.1.5 Согласно газодинамической схемы (Приложение 1, рис.1) помещают в пробирку с барботером (5) 5,0 $см^3$ раствора калия марганцовокислого.

В пробирку с притертой пробкой для проб (6) пипеткой вместимостью 5 $см^3$ помещают по 2,7 $см^3$ минерализованного градуировочного раствора, подготовленноого по 9.8.1.2 - 9.8.1.3. В эту же пробирку непосредственно перед измерением добавляют по 3 капли раствора гидроксиламина солянокислого, затем,

пипеткой вместимостью 1 см^3, добавляют 0,3 см^3 олова двухлористого. Измеряют значение электрического сигнала иономера, пропорционального величине содержания ртути в минерализованном растворе.

9.8.1.6 Операции по 9.8.1.5 проводят 3 раза для каждого минерализованного раствора, получая 3 значения выходного сигнала иономера.

9.8.1.7 Рассчитывают среднее арифметическое трёх значений выходного сигнала иономера (в относительных единицах) для каждого минерализованного градуировочного раствора и для «холостой» пробы, при этом, расхождение между максимальным и минимальным значениями не должны превышать 5 %.

При этом, значение выходного сигнала иономера «холостой» пробы должно быть не ниже 84,0 (в относительных единицах). В противном случае необходимо заменить реактивы.

Расчет производят по формулам

$$\overline{J_0} = \frac{\sum_{i=1}^{3} J_{0i}}{3}, \qquad (1)$$

$$\overline{J_i} = \frac{\sum_{i=1}^{3} J_i}{3}, \qquad (2)$$

где J_{oi} - результат i-го измерения выходного сигнала иономера для «холостой» пробы, в относительных единицах;

J_i - результат i-го измерения выходного сигнала иономера для минерализованного градуировочного раствора, в относительных единицах.

Вычисляют поглощение $\overline{T_i}$ i-го градуировочного раствора с учетом результата измерения «холостой» пробы по формуле

$$\overline{T_i} = \overline{J_0} - \overline{J_i}, \qquad (3)$$

где $\overline{J_0}$ - среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала иономера для «холостой» пробы в относительных единицах;

$\overline{J_i}$ - среднее арифметическое результатов измерений выходного сигнала иономера для минерализованного градуировочного раствора, в относительных единицах.

По полученным данным методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент для каждого поддиапазона по формуле

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{n} (\overline{X_i} \cdot \overline{T_i})}{\sum_{i=1}^{n} \overline{T^2_i}} \qquad (4)$$

где X_i - количество ртути в i-м градуировочном растворе (в пробе), мкг

9.8.1.8 Контроль стабильности градуировочных коэффициентов проводят по трем градуировочным растворам, соответствующим (0,05; 0, 5; 1,0) мкг в пробе для 1 поддиапазона и (1,0; 15,0; 30,0) мкг в пробе для 2 поддиапазона.

По полученным данным вновь рассчитывают градуировочные коэффициенты К для каждого поддиапазона. При отклонении полученных значений

от первоначальных более чем на 10 %, повторяют все операции по 9.8.1.1 – 9.8.1.7 и рассчитывают новые значения градуировочных коэффициентов.

Градуировочные коэффициенты используют лишь в диапазонах выходных сигналов иономероа, полученных при градуировке.

Периодичность контроля стабильности градуировочного коэффициента: при постоянной работе приборов - не реже одного раза в 3 месяца; при периодической работе - перед началом проведения работ, а также после поверки, перемещения приборов, использования новой партии реактивов.

9.9 Градуировка анализатора ртути «ЮЛИЯ 5-КМ»

9.9.1 Первичная градуировка анализатора проводится на предприятии-изготовителе при выпуске и вносится в память прибора.

9.9.2 Поскольку градуировочный график является линейным в каждом из поддиапазонов и заложен в память микроЭВМ анализатора ртути, переградуировку (при необходимости) проводят по одной концентрации ртути - 1,0 мкг/дм^3.

Для этого пипеткой вместимостью 1 см^3 помещают 1 см^3 градуировочного раствора в реакционную пробирку (12) (Приложение 2, рис.2). В эту же пробирку пипеткой вместимостью 1 см^3, добавляют 0,3 см^3 раствора двухлористого олова. Вставляют в пробирку барботер и плотно закрывают. Включают микрокомпрессор анализатора. Ручкой «калибровка» выставляют на табло значение введенной концентрации (после стабилизации показаний прибора).

Извлекают барботер из реакционной пробирки с раствором и помещают его в пустую пробирку.

9.9.3 Операции по 9.9.2 проводят 5 раз, получая 5 значений массовой концентрации ртути в градуировочном растворе. При этом после каждого измерения реакционную пробирку (12) промывают дистиллированной водой.

Если результаты измерений не превышают значения массовой концентрации ртути градуировочного раствора более чем на ±10%, то рассчитывают среднее арифметическое $\overline{C_i}$ из 5-ти измерений по формуле

$$\overline{C_i} = \frac{\sum_{i=1}^{5} C_i}{5}, \qquad (5)$$

где C_i - результат измерений массовой концентрации ртути в i-м градуировочном растворе, мкг/дм^3

$\overline{C_i}$ - среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации ртути в i-м градуировочном растворе, мкг/дм^3

Рассчитывают градуировочный коэффициент по формуле

$$K_{гр} = \frac{\overline{C_i}}{C_0} \qquad (6)$$

где C_0 - массовая концентрация ртути в градуировочном растворе, ($C_0 = 1$ мкг/дм^3)

9.9.4 Контроль стабильности градуировочного коэффициента проводят по раствору с массовой концентрацией - 1,0 мкг/дм^3.

По полученным данным рассчитывают градуировочный коэффициент $К_{гр}$. При отклонении полученного значения от первоначального более чем на 10 %, повторяют все операции по 9.9.2 и рассчитывают новое значение. градуировочного коэффициента.

Периодичность контроля стабильности градуировочного коэффициента: при постоянной работе приборов - не реже одного раза в 3 месяца; при периодической работе - перед началом проведения работ, а также после поверки, перемещения приборов, использования новой партии реактивов.

9.10 Определение влажности

Для пересчёта массы навески на сухую пробу определяют ее влажность как отношение массы воды, удаленной из анализируемой пробы высушиванием из анализируемой пробы, к массе влажной пробы.

9.10.1 Анализируемую пробу, подготовленную согласно 8.4, 8.5, тщательно перемешивают и делят на две части. Одну часть оставляют для выполнения измерений.

9.10.2 Из второй части пробы отбирают 2 навески

- 20 - 100 г для жидких проб;
- 5 - 20 г для твердых проб.

Результаты взвешивания регистрируют до второго десятичного знака. Навескеи пробы помещают в заранее высушенные и доведенные до постоянной массы фарфоровые чашки и выпаривают на водяной бане досуха (в вытяжном шкафу).

9.10.3 Взвешивают на аналитических весах чашки с высушенными навесками Результаты взвешивания регистрируют до второго десятичного знака.

Для каждой навески рассчитывают содержание влаги по формуле

$$g_i = \frac{P_i - P_{сух\,i}}{P_i} \cdot 100, \ \% \qquad (7)$$

где g_i - содержание влаги в i-той навеске пробы, %;

P_i - - масса i-той навески, (разность масс выпарительной чашки с пробой и пустой выпарительной чашки), г;

$P_{сух.i}$ масса высушенной i-той навески (разность масс выпарительной чашки с высушенной пробой выпарительной чашки), г.

Рассчитывают среднее значение содержания влаги в пробе, $g_{ср}$, %, по формуле

$$g_{ср} = \frac{g_1 + g_2}{2}, \%$$ (8)

Определяют коэффициент пересчета на сухую пробу:

$$W = \frac{100}{100 + g_{ср}},$$ (9)

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Проведение минерализации пробы

Соответствующей пипеткой отбирают аликвоту от 1 до 10 $см^3$ или взвешивают (0,10 – 1,00) г анализируемой пробы (результат взвешивания регистрируют до четвёртого десятичного знака). Помещают ее в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ и присоединяют воздушный холодильник длиной (30 – 35) см. Минерализацию пробы проводят в соответствии с 9.8.1.2 – 9.8.1.3.

10.2Выполнение измерений на анализаторе ртути «ЮЛИЯ-2»

10.2.1 Помещают в пробирку с барботером (5) (Приложение 1, рис.1) 5,0 $см^3$ раствора перманганата калия.

10.2.2 В пробирку с притертой пробкой для проб (6) пипеткой вместимостью 5 $см^3$ помещают по 2,7 $см^3$ минерализованной пробы, подготовленной по 10.1, добавляют 3 капли раствора гидроксиламина солянокислого, затем, пипеткой вместимостью 1 $см^3$, добавляют 0,3 $см^3$ олова двухлористого.

10.2.3 Операции по 10.2.2 проводят 3 раза, каждый раз ополаскивая пробирку рабочим разбавляющим раствором бихромата калия, для удаления остатков пробы и двухлористого олова. Получают 3 значения выходного сигнала иономера и рассчитывают среднее арифметическое.

10.2.4 Выполняют два параллельных определения.

10.2.5 Аналогично проводят измерение ртути общей в минерализованной «холостой» пробе (минерализацию «холостой» пробы проводят с 10 $см^3$ дистиллированной воды).

10.2.6 Значение выходного сигнала иономера при измерениях содержания ртути в «холостой» пробе должно соответствовать значению выходного сигнала иономера, определенного для градуировочного раствора, не содержащего ртуть при построении градуировочного графика, но не ниже 84,0. В противном случае необходимо заменить реактивы или использовать бидистиллированную воду.

10.3 Выполнение измерений на анализаторе ртути «ЮЛИЯ-5КМ»

10.3.1 Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ помещают 1 $см^3$ минерализованной пробы, подготовленной по 10.1 в реакционную пробирку (12) (Приложение 2, рис.2), добавляют 3 капли раствора гидроксиламина солянокислого и туда же пипеткой вместимостью 1 $см^3$ добавляют 0,3 $см^3$ раствора двухлористого олова. Вставляют в пробирку барботер (11) и плотно закрывают. Включают микрокомпрессор анализатора соединенный шлангом с реакционной пробиркой (12). После остановки микрокомпрессора, барботер помещают в пустую пробирку, ожидают сброса накопленной на коллекторе ртути. На цифровом табло зафиксируется значение массовой концентрации ртути, в $мкг/дм^3 \cdot 10^{-2}$.

10.3.2 Операции по 10.3.1 проводят 3 раза, каждый раз ополаскивая пробирку рабочим разбавляющим раствором бихромата калия, для удаления остатков пробы и двухлористого олова. Получают 3 значения массовой концентрации ртути, $мкг/дм^3 \cdot 10^{-2}$, и рассчитывают среднее арифметическое.

10.3.3 Выполняют два параллельных определения.

10.3.4 Аналогично проводят измерение ртути общей в минерализованной «холостой» пробе (минерализацию «холостой» пробы проводят с 10 $см^3$ дистиллированной воды).

Примечание - При высоких концентрациях ртути общей (при превышении диапазона градуировки) минерализованную пробу разбавляют рабочим разбавляющим раствором бихромата калия и повторяют операции по 10.2 (10.3). Коэффициент разбавления (R) учитывают в расчетных формулах.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Массовую долю ртути, X, $млн^{-1}$ (мг/кг), рассчитывают по формулам

- для анализатора ртути «ЮЛИЯ-2»

$$X = (\overline{T_i} \cdot K / a \cdot W) \cdot R \qquad (10)$$

где T - поглощение $\overline{T_i}$ пробы по формуле (3);

K - градуировочный коэффициент, мкг, рассчитанный по. 9.8.1.7;

a - навеска, взятая для анализа, г;

W - коэффициент пересчета на сухую пробу, по 9.10;

R - коэффициент разбавления минерализованной пробы (если оно проводилось)

- для анализатора ртути «ЮЛИЯ-5КМ»:

$$X = \frac{(C - C_x) \cdot 100 \cdot K}{a \cdot W \cdot 1000} \cdot R \qquad (11)$$

где C - значение массовой концентрации ртути в минерализованной пробе, $мкг/дм^3$;

Cx - значение массовой концентрации ртути в холостой пробе, $мкг/дм^3$;

100 - объем колбы с минерализованной пробой, $см^3$;

K - градуировочный коэффициент, рассчитанный по. 9.9.3;

a - навеска пробы, взятая для анализа, г;
W - коэффициент пересчета на сухую пробу, по 9.10;
R - коэффициент разбавления минерализованной пробы (если оно проводилось)

11.2 Массовую долю ртути общей, X, %, рассчитывают по формулам
- для анализатора ртути «ЮЛИЯ-2»:

$$X = \left(\frac{\overline{T_i} \cdot K \cdot R}{a \cdot W \cdot 1000 \cdot 1000} \right) \cdot 100 \qquad (12)$$

- для анализатора ртути «ЮЛИЯ-5КМ»:

$$X = \left(\frac{(C - C_x) \cdot 100 \cdot K \cdot R}{a \cdot W \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot 1000} \right) \cdot 100 \qquad (13)$$

11.3 Массовую концентрацию ртути, X, мг/дм^3, рассчитывают по формулам
- для анализатора ртути «ЮЛИЯ-2»

$$X = (\overline{T_i} \cdot K / V_{пр}) \cdot R \qquad (14)$$

где *T* - поглощение $\overline{T_i}$ пробы по формуле (3);
K - градуировочный коэффициент, мкг, рассчитанный по 9.8.1.7;
Vпр. - аликвота пробы, взята для анализа, см^3
R - коэффициент разбавления минерализованной пробы (если оно проводилось)

- для анализатора ртути «ЮЛИЯ-5КМ»

$$X = \frac{(C - C_x) \cdot 100 \cdot K \cdot R}{V_{пр} \cdot 1000} \qquad (15)$$

где *C* - значение массовой концентрации ртути в минерализованной пробе, мкг/дм^3;
Cx - значение массовой концентрации ртути в «холостой» пробе, мкг/дм^3;
100 - объем колбы с минерализованной пробой, см^3
K - градуировочный коэффициент, рассчитанный по. 9.9.3;
Vпр. - аликвота пробы, взятая для анализа, см^3
R - коэффициент разбавления минерализованной пробы (если оно проводилось)

11.4 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности. Значение границы абсолютной погрешности приводят с двумя значащими цифрами.

11.5 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \qquad (16)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации (массовой доли) ртути, мг/дм^3 (мг/кг, %);

r - значение предела повторяемости (таблица 1), %.

11.6 Если условие (16) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |X_{max} - X_{min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95}(n), \qquad (17)$$

где X_{max}, X_{min} – максимальное и минимальное значения массовой концентрации (массовой доли) ртути, из полученных четырех результатов параллельных определений мг/дм^3 (млн$^{-1}$, %);

$CR_{0.95}(n)$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n – результатов определений.

$$CR_{0.95} = f(n) \cdot \sigma_r$$

Для n=4

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \qquad (18)$$

где σ_r - относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (таблица 1), %;

f(n) - коэффициент критического диапазона;

Если условие (17) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики.

Примечание - При вычислении результата измерений без учёта влажности пробы в формулах (10) - (13) принимают W=0.

В протоколе измерений (испытаний) отражают информацию о представлении результата в пересчёте на сухое вещество либо на влажную пробу.

11.7 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{X} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \text{ при P=0,95,}$$

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3 (млн$^{-1}$, %);

$\pm\delta$ - границы относительной погрешности измерений, %, (таблица 1)

11.8 Если полученный результат измерений ртути общей ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись: «менее 0,05 мг/дм^3 (млн$^{-1}$, мг/кг) или 0,000005% (более 10000 мг/дм^3 (млн$^{-1}$,мг/кг) или 10 %)».

11.9 При наличии априорной информации о качественном составе объектов анализа допускается стехиометрический пересчёт массовой концентрации (массовой доли) ионов ртути на массовую концентрацию (массовую долю) конкретных соединений.

12 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий, при проведении процедур подтверждении компетентности аккредитованных лабораторий, при арбитражных измерениях).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение (резервные пробы).

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$\frac{2 \cdot \left| X_{cp1} - X_{cp2} \right| \cdot 100}{(X_{cp1} + X_{cp2})} \le CD_{0,95}, \qquad (19)$$

где X_{cp1}, X_{cp2} - средние значения массовой концентрации (массовой доли) ртути общей, полученные в первой и второй лабораториях, мг/дм^3 (млн$^{-1}$, %);

$CD_{0,95}$ - значение критической разности, рассчитывают по формуле

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - r^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} \qquad (20)$$

где R -- предел воспроизводимости, %, $R = 2{,}77 \cdot \sigma_R$,
где σ_R – показатель воспроизводимости, % (таблица 1);

r - предел повторяемости, % (таблица 1);

n - количество параллельных определений.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднее арифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.4).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 «Точность (правильность и

прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и показателя правильности по 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ СХЕМА АНАЛИЗАТОРА РТУТИ «ЮЛИЯ-2»

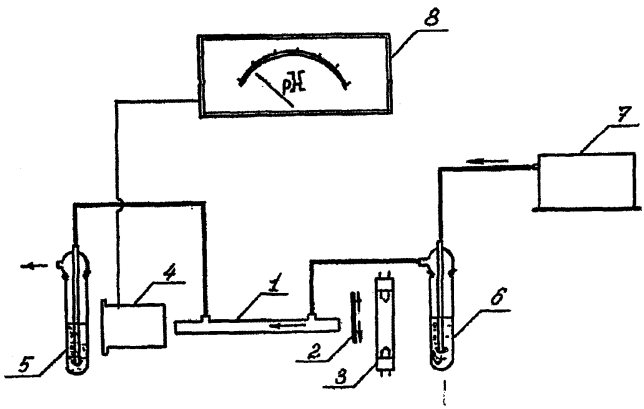

Рисунок 1

1 – кювета; 2 – шторка лампы; 3 – лампа; 4 – фотоэлемент;
5 – пробирка с барботером для поглощения отработанной ртути;
6 – пробирка с барботером для пробы; 7 – микрокомпрессор;
8 – измерительный блок (иономер)

ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ СХЕМА АНАЛИЗАТОРА РТУТИ «ЮЛИЯ-5КМ»

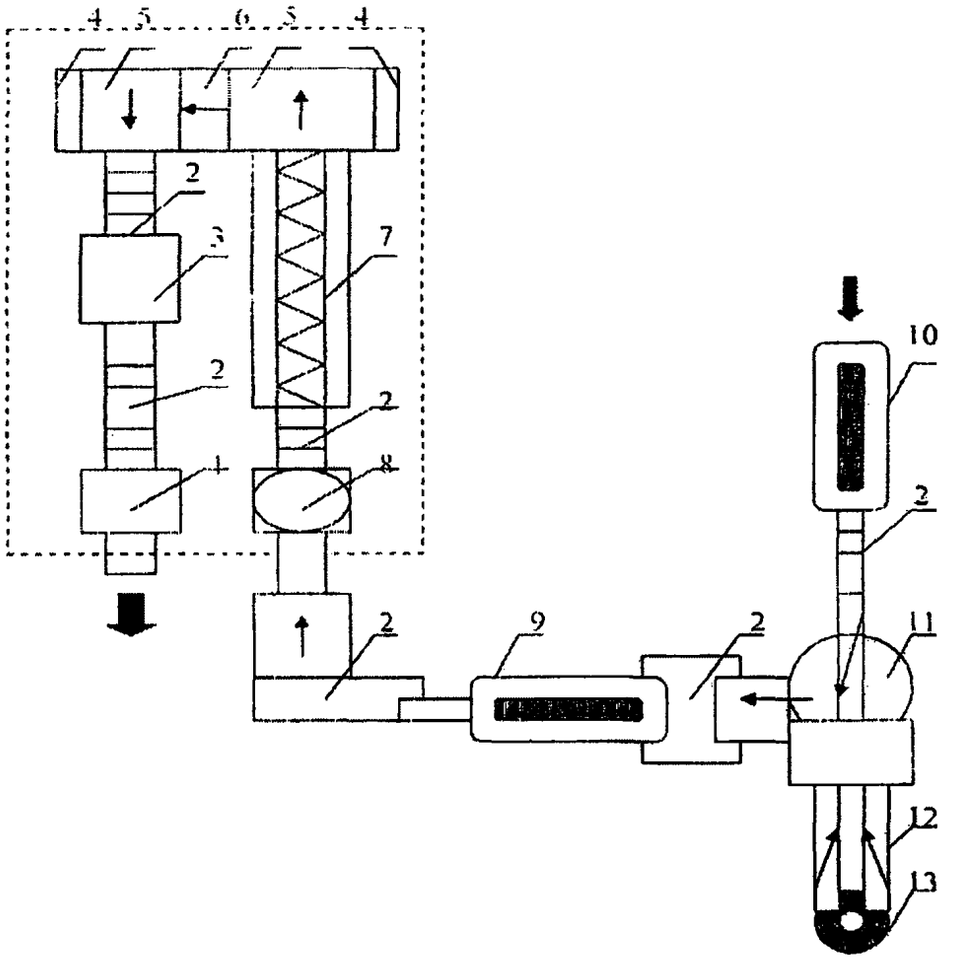

Рисунок 2. Газодинамическая схема анализатора.

1 – датчик расхода воздуха; 2 - соединительные шланги; 3 – компрессор; 4 – кварцевые окна стеклянной кюветы; 5 – оправки-держатели кюветы; 6 – стеклянная кювета; 7 – биспиральный золотой коллектор; 8 – пылевой фильтр; 9 – олива с осушителем; 10 – олива с поглотителем; 11 – барботер; 12 – пробирка с пробой; 13 – анализируемый раствор пробы.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ВНИИМС
На метрологической службе с 1900 года

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

119361, Москва, ул. Озерная, 46 Факс: 8 (495) 437 56 66 E-mail: office@vniims.ru

ФГУП «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 205-04/RA.RU.311787-2016/2017

Методика измерений массовой концентрации (массовой доли) ртути общей в почвах, грунтах, донных отложениях, иле, осадках сточных вод, шламах, твердых и жидких отходах атомно-абсорбционным методом

объект, метод

Р 76/191-2016,

разработанная ООО НТФ «Хромос»

(115088, г. Москва, ул. Угрешская, д. 2)

и регламентированная в документе: Методика измерений массовой концентрации (массовой доли) ртути общей в почвах, грунтах, донных отложениях, иле, осадках сточных вод, шламах, твердых и жидких отходах атомно-абсорбционным методом Р 76/191-2016,

утвержденном в 2017 г. и содержащем 22 стр.,

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке методики измерений,

исследований методики измерений.

теоретическое или экспериментальное исследование Методики измерений, др. виды работ

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне настоящего свидетельства.

Первый заместитель директора по научной работе Ф.В. Булыгин

Начальник отдела 205 С.В. Вихрова

«01» марта 2017 года

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли) ртути общей			Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, % при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P=0,95, n=2
	мг/дм^3	млн$^{-1}$ (мг/кг)	%				
Почвы, грунты, донные отложения, ил, осадки сточных вод, шламы, твердые и жидкие отходы	От 0,05 до 100000 включ.	От 0,05 до 100000 включ.	От 0,000005 до 10 включ.	25	6	12	I7

Начальник отдела С.В. Вихрова

Начальник сектора, к.х.н. О.Л. Рутенберг

gost.e-ecolog.ru