МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

РД 52.44.594–2016

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКАХ И ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ

Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии с беспламенной атомизацией

Москва

2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Институт глобального климата и экологии Федеральной службы по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды и Российской академии наук» (ФГБУ «ИГКЭ Росгидромета и РАН»)

2 РАЗРАБОТЧИК Л.В.Бурцева, канд.физ.-мат.наук (руководитель разработки)

3 СОГЛАСОВАН:

с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 23.09.2016 г.;

с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственным объединением «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 12.09.2016 г.

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 26.09.2016 г.

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 25.10.2016 № 490

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «НПО «Тайфун» Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 18.10.594/01.00305–2011/2016 от 09.02.2016, регистрационный код по Федеральному реестру ФР.1.31.2016.25408

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» Росгидромета от 05.10.2016 за номером РД 52.44.594–2016

7 ВЗАМЕН РД 52.44.594-97 «Методические указания. Определение массовой концентрации тяжелых металлов в атмосферных осадках и поверхностных водах Методика выполнения измерений методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии с беспламенной атомизацией»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2021 г.

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Требования к показателям точности измерений 4
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам 6
5 Метод измерений 8
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды 9
7 Требования к квалификации операторов 9
8 Требования к условиям выполнения измерений 10
9 Требования к отбору и хранению проб 11
10 Подготовка к выполнению измерений 12
11 Порядок выполнения измерений 13
12 Обработка результатов измерений 16
13 Оформление результатов измерений 17
14 Контроль точности результатов измерений 17
15 Нормы затрат рабочего времени на выполнение измерений 21
Приложение А (обязательное) Методика приготовления аттестованных растворов свинца, кадмия, меди, никеля и цинка для контроля точности измерений массовой концентрации компонентов в пробах атмосферных осадков и поверхностных вод 22
Приложение Б (обязательное) Форма журнала регистрации результатов измерений концентрации тяжелых металлов в атмосферных осадках и поверхностных водах 29
Библиография 30

Введение

Представительные систематические данные об уровне загрязнения атмосферных осадков и поверхностных вод в фоновых районах суши токсичными свинцом, кадмием, медью, никелем и цинком (компоненты) являются важной частью информации, которая необходима для оценки и прогноза состояния окружающей среды, а также для разработки природоохранной стратегии на национальном и международном уровне.

Фоновыми считаются территории, которые не подвергаются непосредственному воздействию антропогенных выбросов загрязняющих веществ. К ним относятся особо охраняемые природные территории (ООПТ), где располагаются национальные парки и биосферные заповедники. На такие территории загрязняющие вещества антропогенного происхождения, в том числе и указанные компоненты, поступают за счет дальнего внутриконтинентального и межконтинентального переноса воздушными массами.

Для получения и использования информации о состоянии фонового загрязнения окружающей среды Росгидрометом на ООПТ России создана система станций комплексного фонового мониторинга, в программу которой входит измерение концентраций свинца, кадмия, меди, никеля и цинка в атмосферных осадках и поверхностных водах суши.

Низкий уровень концентраций указанных компонентов в атмосферных осадках и поверхностных водах в фоновых районах потребовал разработки методических рекомендаций, специально предназначенных для измерения значений концентраций ниже предельно допустимых концентраций (ПДК) для природных вод (таблица 1). Значения ПДК для атмосферных осадков не установлены.

В связи с этим в 1997 году была разработана, аттестована и введена в действие методика измерения, изложенная в РД 52.44.594-97 «Методические указания. Определение массовой концентрации тяжелых

металлов в атмосферных осадках и поверхностных водах Методика выполнения измерений методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии с беспламенной атомизацией»

Настоящая методика измерений, основана на использовании измерительных приборов нового поколения и выполнении новых требований к качеству измерений.

В качестве средства измерения массовой концентрации свинца, кадмия, меди, никеля и цинка в водных образцах введен в методику измерений современный отечественный атомно-абсорбционный спектрометр с электротермической атомизацией и автоматической коррекцией фона «КВАНТ-Z.ЭТА 1». Управление работой спектрометра, отображение, обработку и хранение информации осуществляет персональный компьютер.

Методика измерений предполагает применение и других атомно-абсорбционных спектрометров, приемлемых для выполнения прямой электротермической атомизации проб.

Получение в фоновых районах достоверных данных обеспечивается точным выполнением требований настоящей методики измерений, регламентирующего отбор проб атмосферных осадков и поверхностных вод и измерение компонентов в них. Нормативы качества вод и нормы погрешности измерений компонентов согласно ГОСТ 27384, приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Нормы погрешности измерений компонентов на уровне нормативов качества вод

Наименование компонента	Норматив качества воды, не более, мг/дм^3	Нормы погрешности, %
Свинец	0,03	30
Кадмий	0,001	30
Медь	1,0	25
Никель	0,1	25
Цинк	5,0	20

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКАХ И ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ

Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии с беспламенной атомизацией

Дата введения–2017–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации тяжелых металлов: свинца (Pb), кадмия (Cd), меди (Cu), никеля (Ni) и цинка (Zn) (далее – компоненты) в пробах атмосферных осадков и поверхностных вод методом атомно-абсорбционным спектрометрии с беспламенной атомизацией и автоматической коррекцией неселективного поглощения.

1.2 Диапазоны измеряемых массовых концентраций ограничены значениями, представленными в таблице 2.

1.3 Настоящий руководящий документ распространяется на особо охраняемые природные территории (ООПТ), на которых расположены станции комплексного фонового мониторинга сети Росгидромета, а также на другие территории Российской Федерации, где концентрации тяжелых металлов в атмосферных осадках и поверхностных водах изменяются во времени в диапазонах, представленных в таблице 2.

1.4 Настоящий руководящий документ предназначен для применения на государственной наблюдательной сети станций комплексного фонового мониторинга по РД 52.04.186 (часть III, разделы

1, 2, подраздел 3.5), работающей в рамках положения [1].

Примечание – В настоящем руководящем документе применены термины и определения по ГОСТ Р 52361–2005.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 31861–2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725-1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

ГОСТ Р 52361–2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

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 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и

устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

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

ГОСТ 27384–2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

ПМГ 96–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления

Р 52.24.353–2012 Отбор проб поверхностных вод суши и очищенных сточных вод

РД 52.04.186–89 Руководство по контролю загрязнения атмосферы

РД 52.18.5–2012 Перечень нормативных документов (по состоянию на 01.08.2012)

РМГ 60–2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

РМГ 61–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

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

ПНД Ф 12.13.1–03 Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)

ГН 2.1.6.1338–03 Предельно допустимые концентрации (ПДК)

загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест.

Примечания

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

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

- национальных стандартов – в официальной 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 и дополнений к нему – ежегодно издаваемым информационным указателям нормативных документов (ИУНД).

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

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 Характеристики погрешности результатов измерений массовых концентраций свинца, кадмия, меди, никеля и цинка во всем диапазоне определяемых значений соответствуют требованиям ГОСТ 27384 и приведены в таблице 2. Пределы повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 3.

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией компонентов выше верхних пределов диапазонов и использовании при этом разбавления раствора пробы, погрешность измерения не превышает значений, приведенных в таблицах 2 и 3.

Пределы обнаружения компонентов при проведении измерений на ААС «КВАНТ- Z.ЭТА 1» приведены в таблице 4.

Т а б л и ц а 2 – Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений – повторяемости, воспроизводимости, точности

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного определения, полученных по методике в условиях повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости* (среднее квадратическое отклонение всех результатов измерений, полученных по методике в условиях воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность результатов измерений, полученных по методике при P=0,95) ± Δ, мг/дм^3
Свинец	От $0,5\cdot10^{-3}$ до $20,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,04·С	0,12·С	0,29·С
Кадмий	От $0,02\cdot10^{-3}$ до $2,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,05·С	0,14·С	0,32·С
Медь	От $0,5\cdot10^{-3}$ до $20,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,07·С	0,13·С	0,29·С
Никель	От $1,0\cdot10^{-3}$ до $20,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,08·С	0,17С	0,38·С
Цинк	От $5,0\cdot10^{-3}$ до $50,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,04·С	0,11·С	0,37·С

* Показатель воспроизводимости установлен на основе исследований в пяти лабораториях.

П р и м е ч а н и я

1 С – измеренная массовая концентрация компонента в пробе атмосферных осадков или поверхностных вод, мг/дм^3.

2 Нижний предел диапазона измерений достигается накоплением компонента в графитовой кювете путем повторного введения раствора пробы в кювету и его высушивания до включения атомизации.

Т а б л и ц а 3 – Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений – пределов повторяемости, воспроизводимости

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений, r, мг/дм^3	Предел воспроизводимости для двух результатов измерений, R, мг/дм^3
Свинец	От $0,5\cdot10^{-3}$ до $20,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,11·С	0,33·С
Кадмий	От $0,02\cdot10^{-3}$ до $2,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,14·С	0,39С
Медь	От $0,5\cdot10^{-3}$ до $20,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,19·С	0,36·С
Никель	От $1,0\cdot10^{-3}$ до $20,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,22·С	0,36·С
Цинк	От $5,0\cdot10^{-3}$ до $50,0\cdot10^{-3}$ включ.	0,11·С	0,30·С

Т а б л и ц а 4 – Пределы обнаружения компонентов в растворах для ААС «КВАНТ- Z.ЭТА 1»

Наименование компонента	Свинец	Кадмий	Медь	Никель	Цинк
Значения пределов обнаружения компонентов, мг/дм^3	$0,20\cdot10^{-3}$	$0,014\cdot10^{-3}$	$0,24\cdot10^{-3}$	$0,70\cdot10^{-3}$	$2,0\cdot10^{-3}$

3.2 Значения показателя точности методики измерений используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам

При выполнении измерений применяют следующие средства

измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр (ААС) с электротермической атомизацией, автоматической коррекцией фона «КВАНТ-Z.ЭТА-1» по ТУ 44-34-009-00206269–01, поверенный по методике поверки ГКНЖ 09.000 МП;

- барометр-анероид типа М-67 по ТУ 25-04-1797–75;

- гигрометр психрометрический типа ВИТ-2 по ТУ 25-11.1645–84 российский сертификат Государственного реестра средств измерений под № 9364-08 с пределами погрешности измерения абсолютной влажности воздуха в помещении ±(5-7) %;

- дозаторы пипеточные одноканальные со сменными наконечниками (Ленпипет) 2-го класса точности типа ДПВ с объёмом дозирования в диапазоне от 0,5 до 10 мкл с погрешностью ±(10,0…2,5) %, от 5,0 до 50 мкл с погрешностью ±(5,0…2,0) %, от 40 до 200 мкл с погрешностью ±(2,0…1,5) % и свыше 200 до 1000 мкл с погрешностью ±(1,5…1,0) % по ТУ 9452-001-33189998–2007;

- колбы мерные исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 1770–74;

- цилиндр мерный исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770–74;

- аргон газообразный по ГОСТ 10157–79;

- редуктор кислородный БКО-50-4 по ТУ 3645–012–52205332–2012;

- прибор для получения особо чистой воды типа «Водолей» по ТУ 2.115.000.000, сертификат № 020010166 Государственного реестра средств измерений;

- шкаф сушильный лабораторный, тип ШС-3 по ТУ 16-531-299–88;

- аквадистиллятор АДЭ–4 СЗМО по ТУ 9452–030–07514018–2004;

- эппендорфы фирмы Costar (Германия) на 2 мл каталожный № 9589;

- воронки химические, типа Б, стеклянные диаметром 50 мм по ГОСТ 23932–90;

- бутылки полиэтиленовые вместимостью 100 и 500 $см^3$ по ТУ 6-19-110–78;

- кислота азотная, особой чистоты по ГОСТ 11125–84;

- государственные стандартные образцы (ГСО) состава растворов ионов металлов, концентрации (1±0,05) $г/дм^3$: ГСО 7012–93 (свинец), ГСО 6690–93 (кадмий), ГСО 7836–2000 (медь), ГСО 8001–93 (никель), ГСО 8053–94 (цинк).

Допускается использование других типов средств измерений, посуды, вспомогательных устройств и реактивов, в том числе импортных, с характеристиками и квалификацией не хуже, чем у приведенных в разделе 4.

5 Метод измерений

Метод измерения массовой концентрации свинца, кадмия, меди, никеля и цинка в нефильтрованных, консервированных азотной кислотой пробах атмосферных осадков и поверхностных вод основан на измерении поглощения атомами компонента резонансной линии спектра испускания лампы полого катода при электротермической атомизации аликвоты рабочей пробы в графитовой кювете ААС «КВАНТ-Z.ЭТА 1».

Мешающие влияния неспецифического поглощения при измерении массовой концентрации компонента на ААС с электротермической атомизацией типа «КВАНТ-Z.ЭТА 1» устраняются автоматической коррекцией фона применением эффекта Зеемана.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 Безопасность труда при измерении массовой концентрации компонентов в пробах атмосферных осадков и поверхностных вод обеспечивается выполнением правил по безопасности труда: при производстве наблюдений и лабораторных работ на сети Росгидромета [2], при эксплуатации электроустановок, рассчитанных на напряжение 220/380 В согласно [3] и ГОСТ Р 12.1.019.

6.2 Оператор должен выполнять требования пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и оснащением средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.3 Оператор должен пройти инструктаж по технике безопасности при работе в химической лаборатории в соответствии с ПНД Ф 12.13.1, соблюдать правила, указанные в инструкции по эксплуатации ААС.

6.4 Мероприятия по обеспечению охраны окружающей среды от загрязнения сводятся к утилизации отходов, образующихся при подготовке и проведении измерений проб. Отходами являются аттестованные растворы компонентов в 1%-й азотной кислоте с концентрацией ниже ПДК для поверхностных вод, пробы атмосферных осадков и пробы поверхностных вод. Утилизация остатков проб проводится путем их 10-кратного разбавления водопроводной водой и слива в канализацию одновременно с потоком водопроводной воды.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускают операторов, с образованием химика–аналитика (инженер или техник), имеющих навыки работы в лаборатории количественного химического анализа и работы на ААС, владеющих компьютерной техникой,

ознакомленных с техникой безопасности при работе в химической лаборатории, оснащенной ААС. К практической работе допускают оператора, прошедшего обучение работы на ААС и уложившегося в процессе тренировки в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

8 Требования к условиям выполнения измерений

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

- температура окружающего воздуха, ^{0}С …….. 20±10;
- атмосферное давление кПа (мм рт.ст.)…….. от 84,0 до 106,7 (от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 ^{0}С, %.....от 30 до 80;
- напряжение в сети электрического питания, В……220±10;
- частота переменного тока в сети питания, Гц……50±1.

8.2 Концентрации загрязняющих примесей в окружающем воздухе должны находиться в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005.

8.3 Параметры, определяющие условия проведения измерений и их соответствие требованиям, перед проведением измерений оценивают термометром, барометром и психрометром. Показания приборов записывают в соответствующем журнале. Отсутствие в воздухе лаборатории загрязняющих веществ, влияющих на результаты измерений компонентов, показывает первое измерение компонента на ААС в отсутствии пробы.

9 Требования к отбору и хранению проб

9.1 Для измерения массовой концентрации свинца, кадмия, меди, никеля и цинка в атмосферных осадках и поверхностных водах отбор, консервацию и хранение проб выполняют по методикам, описанным в [4] (глава II) и РД 52.04.186 (часть III, подраздел 3.5) для атмосферных осадков, и рекомендациям Р 52.24.353 для поверхностных вод (без стадии фильтрования пробы).

9.2 Рекомендуемые методики отбора, консервации, хранения проб и перечень оборудования соответствуют ГОСТ 17.1.5.04, ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 31861.

9.3 В соответствие с программой наблюдений на ООПТ отбирают суммарные месячные пробы атмосферных осадков путем объединения разовых проб в одной ёмкости. Пробы поверхностных вод отбирают на постоянном гидрохимическом створе водоёма из поверхностного слоя в основные гидрологические фазы (см. [4], глава II).

9.4 Консервацию пробы азотной кислотой проводят по 9.1 непосредственно после ее отбора.

9.5 При использовании ААС типа «КВАНТ-Z.ЭТА 1», с чувствительностью, позволяющей выполнять прямое измерение массовой концентрации компонентов (без дополнительного концентрирования проб), достаточный объем аликвоты месячной пробы составляет 100 $см^3$.

9.6 Аликвоту суммарной месячной пробы атмосферных осадков или поверхностной воды, предназначенную для измерения массовой концентрации компонентов, помещают в полиэтиленовую, плотно закрывающуюся ёмкость (бутылка на 100 $см^3$ или 250 $см^3$), снабжают этикеткой и транспортируют в аналитическую лабораторию. На этикетке помещают следующую информацию об отборе пробы: название станции

наблюдения, дата отбора (для атмосферных осадков), наименование водоёма, гидрологическая фаза (для поверхностных вод).

9.7 Интервал времени от поступления пробы в аналитическую лабораторию до её анализа не должен превышать десяти суток.

9.8 Для предотвращения загрязнения проб атмосферных осадков и поверхностных вод посуду, предназначенную для хранения и транспортировки проб, тщательно отмывают раствором (1:1) азотной кислоты и ополаскивают последовательно дистиллированной и очищенной водой. Хранят посуду в закрытом состоянии.

В ходе отбора и подкисления проб следует исключить контакт пробы с металлическими и резиновыми поверхностями.

Рабочую поверхность открытого осадкосборника промывают дистиллированной водой ежедневно, устройства для отбора проб поверхностных вод – перед каждым забором пробы.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Подготовка к выполнению измерений массовой концентрации свинца, кадмия, меди никеля и цинка в пробах атмосферных осадков и поверхностных вод включает проверку соответствия условий выполнения измерений установленным требованиям, приготовление растворов, регламентированных методикой измерений, и подготовку ААС к выполнению измерений.

10.1.1 При проверке условий измерений в помещении лаборатории измеряют температуру, относительную влажность и давление воздуха по инструкциям, прилагаемым к предназначенным для этих целей метеорологическим приборам по разделу 4, и оценивают соответствие показателей требованиям по разделу 8.

10.1.2 Приготовление растворов выполняют в соответствии с приложением А. Аттестованные растворы (АР) готовят из ГСО определяемого компонента в диапазоне концентраций от 0,5 до 20 мкг/дм^3 для свинца и меди, от 0,05 до 2,0 мкг/дм^3 для кадмия, от 1,0 до 20 мкг/дм^3 для никеля и от 10 до 50 мкг/дм^3 для цинка. АР выполняют роль градуировочных растворов (ГР) при создании новой калибровки или уточнении уже существующей в памяти компьютера.

10.1.3 Подготовку и настройку ААС «КВАНТ-Z.ЭТА 1» к работе выполняют согласно руководству по эксплуатации ААС [5] и методическим рекомендациям [6]. Подготовка ААС к работе включает выполнение следующих операций:

- установку лампы на определяемый компонент;
- включение управляющего компьютера, включение в электрическую сеть ААС;
- установку графитовой печи в атомизатор;
- активизацию специализированной программы «Квант-Z» в компьютере;
- проверку в памяти компьютера наличия программы атомизации раствора и «калибровки» (градуировочной зависимости) на измеряемый компонент.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 Выполняют операции по подготовке ААС к работе по 10.1.3.

11.2 Открывают баллон с аргоном, включают систему охлаждения атомизатора и сильноточное сетевое питание. По зажиганию зеленых индикаторов в нижнем левом углу экрана монитора определяют наличие в системе воды, газа и подачи высокого напряжения.

11.3 Проводят точную подстройку монохроматора на максимум

интенсивности излучения спектральной линии и юстируют спектральную лампу винтами её держателя. В случае необходимости корректируют усиление фотоэлемента по длине шнура, отображенного в нижней части экрана монитора, до показания 100±10.

11.4 В программе «Квант-Z» открывают окно «Методики», в списке металлов выделяют измеряемый компонент, при этом автоматически загружается программа его измерения (ширина щели, длина волны, усиление фотоэлемента, программа нагрева печи).

11.5 Открывают окно «Калибровки/Выбрать», в списке калибровок данного компонента выделяют одну из существующих калибровок и загружают ее.

11.6 Командой «Калибровки/Уточнить» открывают окно «Уточнение калибровки». Выполняют с двукратной повторяемостью измерение ГР, массовая концентрация которого лежит в области загруженной калибровки данного компонента и отображенной на экране монитора. Концентрацию ГР выбирают по таблице А.1 (приложение А).

Программа «Квант-Z» автоматически вычисляет показатель уточнения калибровки «А». Уточненная калибровка допустима, если $0,7<A<1,3$, и командой «Продолжить» уточненную калибровку переводят в окно «Измерение». Если показатель «А» выходит за указанные пределы, выбирают другую калибровку из имеющихся в памяти программы, или создают новую калибровку.

11.7 При создании новой калибровки командой «Калибровки/Создать» открывают окно «Создание калибровки» и командой «Добавить» вписывают концентрации трех ГР, а также заполняют все соответствующие поля окна согласно руководству по эксплуатации [5].

11.8 Соответственно объёму дозируемой в атомизатор ААС аликвоты ГР, составляющей для свинца, кадмия и меди – $15 \cdot 10^{-6}$ дм^3,

для никеля и цинка – $30 \cdot 10^{-6}$ дм^3, в программе нагрева графитовой печи выставляют время стадий «Испарение» и «Пиролиз 1» в соответствии с рекомендациями [6].

11.9 Выделяя на экране строку каждой концентрации ГР, вводя дозатором пипеточным в атомизатор заданный объем каждого ГР производят двукратное его измерение. По мере проведения измерений в правой верхней части окна отображается автоматически рассчитанная по полученным данным градуировочная зависимость со значением погрешности калибровки (приемлемо не более 5%). После окончания измерений всех ГР, вводят название градуировочной зависимости и сохраняют ее.

Примечание – Для проб атмосферных осадков и поверхностных вод с массовыми концентрациями компонентов, соответствующих нижнему пределу области измерений, создают калибровку, применяя концентрирование компонента в атомизаторе ААС. Дозируют объём аликвоты ГР, включают процесс измерения и прерывают его по окончании «Пиролиз 1», повторно дозируют объем аликвоты ГР и вновь включают процесс измерения.

11.10 После уточнения калибровки (создания новой) и выполнения команды «Продолжить» в верхней части экрана появляется кнопка «Измерение», которой вызывают на экран монитора окно «Измерения».

11.11 В поле «Новый образец» вписывают данные об измеряемом образце (тип пробы, время и мест отбора), командой «Добавить» переносят запись в таблицу отображения результатов измерения.

11.12 Выделяют в таблице результатов образец, подлежащий измерению, дозатором пипеточным дозируют указанный в окне «Измерения» объем пробы атмосферных осадков или поверхностных вод (непосредственно из ёмкости, в которой содержится проба) в атомизатор и командой «Измерить» в правом нижнем углу экрана включают процесс измерения. Дозируемый объём пробы должен соответствовать объёму, дозированному в атомизатор ААС при

создании загруженной калибровки.

11.13 После окончания процесса измерения, включающего стадии «Испарение», «Пиролиз 1», «Пиролиз 2», «Атомизацию» и «Охлаждение», автоматически рассчитывается измеренная массовая концентрация компонента в пробе в микрограммах на кубический дециметр. Один образец подлежит двукратному измерению. Автоматически рассчитывается среднее значение концентрации и относительное среднеквадратическое отклонение в процентах. Данные отображаются в таблице результатов измерений на экране монитора.

11.14 Командой «Сохранить» полученные результаты сохраняют на жестком диске компьютера. Протокол результатов измерений по форме окна «Измерения» создают командой «Печатать». Печатный протокол результатов измерений, выполненных за время действия программы «Квант-Z» сохраняют в архиве в течение пяти лет.

12 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию компонента $C_{ААС}$ (C_{Pb}, C_{Cd}, C_{Cu}, C_{Ni}, C_{Zn}) в рабочей пробе атмосферных осадков или поверхностных вод, измеренную на ААС и рассчитанную программой «Квант-Z» по загруженной при подготовке ААС к измерению калибровке в микрограммах на кубический дециметр, переводят в значение массовой концентрации, выраженной в миллиграммах на кубический дециметр по соотношению

$$C = C_{ААС} \cdot 10^{-3}, \qquad (1)$$

где $C_{ААС}$ – массовая концентрация компонента в рабочей пробе, мкг/дм^3;

C – массовая концентрация компонента в рабочей пробе, мг/дм^3;

10^{-3} – переводной коэффициент микрограмма в миллиграмм.

Форма журнала регистрации результатов измерений приведена в

приложении Б.

13 Оформление результатов измерений

13.1 Результаты измерений массовой концентрации определяемых компонентов в атмосферных осадках и поверхностных водах на ООПТ в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде

$$C \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95, \quad (2)$$

где C – результат измерений массовой концентрации определяемого компонента в пункте наблюдения, рассчитанный по формуле (1), мг/дм^3;

$\pm\Delta$ – значение характеристики погрешности методики измерений, соответствующее результату измерения (показатель точности), мг/дм^3, при P=0,95, приведен в таблице 2.

13.2 Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же порядка, что и значение характеристики погрешности измерений.

14 Контроль точности результатов измерений

14.1 Показатели точности, правильности, прецизионности результатов измерений массовой концентрации компонентов в атмосферных осадках и поверхностных водах определяют погрешности, возникающие на стадии отбора проб и на стадии определения массовой концентрации компонентов непосредственно в рабочей пробе (без предварительной её подготовки). Погрешности на стадии отбора проб могут возникать вследствие загрязненной рабочей поверхности пробоотборного устройства или емкости для накопления и хранения пробы. Исключают такие погрешности выполнением требований,

изложенных в 9.8.

14.2 Контроль характеристик погрешности измерения массовой концентрации компонентов в рабочих пробах проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1 (точность, основные положения и определения), ГОСТ Р ИСО 5725-6 (использование значений точности на практике), МИ 2881 (проверка приемлемости результатов анализа), РМГ 60 (приготовление аттестованных смесей), РМГ 76 (внутренний контроль), ПМГ 96 (формы представления результатов).

14.3 Контроль характеристик погрешности методики измерений включает оперативный (внутренний) контроль показателей повторяемости (сходимости), воспроизводимости (прецизионности) и точности результатов измерения массовой концентрации компонентов в рабочих пробах. Внутренний контроль характеристик погрешности методики измерений проводит ведущий инженер, программу контроля и контрольные образцы готовит главный специалист лаборатории.

14.4 Образцами для проведения контроля характеристик погрешности методики измерений являются:

- для показателей повторяемости и воспроизводимости – контрольные рабочие пробы атмосферных осадков и поверхностных вод;

- для показателя точности – образцы оценивания, представляющие собой аттестованные растворы, приготовленные по приложению А.

Анализ образцов оценивания выполняют по методике измерений.

14.5 Оценивают качество измерений по результатам сравнения значений показателей повторяемости, воспроизводимости и точности, полученных из массива контрольных измерений, с пределами этих характеристик, представленных в таблице 2 для точности и в таблице 3 для повторяемости и воспроизводимости методики измерений. Сравниваемые характеристики выражают по соотношению

$$X_1 = \frac{X_2}{0{,}01 \cdot C}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 – значения показателей повторяемости, воспроизводимости или точности методики измерения компонента, X_1 выражено в процентах, X_2 – в мг/дм^3;

C – измеренная массовая концентрация компонента в контрольной рабочей пробе, рассчитанная по формуле (1), мг/дм^3.

Примечание – При внутреннем контроле в процентах оценивается только показатель повторяемости.

14.6 Оценку значения показателя повторяемости для каждого определяемого компонента по методике измерений проводят в ходе рабочих измерений с двукратной повторяемостью массовой концентрации компонентов по 11.13 и 11.14. В таком случае программа «Квант-Z» в окне монитора в таблице результатов показывает относительное стандартное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) результатов двукратного измерения концентрации в процентах.

14.7 Показатель повторяемости считается удовлетворительным, если выполняется условие

$$\sigma_r \leq r, \quad (4)$$

где σ_r – значение измеренного показателя повторяемости для каждого определяемого компонента по методике измерений;

r – предел показателя повторяемости (см.таблицу 3), переведенный в проценты по соотношению (3).

14.8 Значение показателя воспроизводимости рассчитывают по РМГ 61 в мг/дм^3. Для расчета значения показателя воспроизводимости используют результаты трёхкратных определений массовых концентраций компонента в рабочей пробе (контрольной), полученных в пяти измерениях по разделам 10 и 11, выполненных с интервалом в семь дней.

14.9 Показатель воспроизводимости результатов измерений определяемых компонентов по методике измерений считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$\sigma_R \leq R, \quad (5)$$

где σ_R – значение показателя воспроизводимости измерений массовой концентраций определяемого компонента в контрольной пробе, мг/дм^3;

R – предел показателя воспроизводимости для измеренного компонента (см.таблицу 3), мг/дм^3.

Показатель воспроизводимости контролируют один раз в полгода.

14.10 Для расчета показателя точности готовят в соответствии с приложением А пять аттестованных растворов одной концентрации, которая соответствует области измерений ААС (образцы оценивания).

14.11 Выполняют по разделам 10 и 11 измерения массовой концентрации компонента в образцах оценивания при троекратном повторе операции определения.

14.12 Показатель точности результата измерения массовой концентрации компонента рассчитывают по РМГ 61 (раздел 5).

14.13 Показатель точности результата измерения определяемого компонента по методике измерений считается удовлетворительным, если выполняется условие

$$\Delta_1 \leq \Delta, \quad (6)$$

где Δ – характеристика методики измерения массовой концентрации компонента в пробах атмосферных осадков и поверхностных вод (см. таблицу 2), мг/дм^3.

Δ_1 – показатель точности, полученный по результатам контроля.

Точность методики измерений проверяют один раз в год.

15 Нормы затрат рабочего времени на выполнение измерений

Нормы затрат рабочего времени при определении одного компонента в 12 пробах представлены в таблице 5.

Таблица 5

Наименование операции	Нормы затрат рабочего времени, ч
1 Приготовление растворов	1,0
2 Подготовка ААС к выполнению измерений	0,5
3 Создание новой калибровки	1,0
4 Измерение проб	4,0
5 Вычисление результатов	0,5
6 Мытье посуды	1,0
7 Контроль качества	1,0
Всего	9,0
Примечание – При измерении в пробе двух компонентов затраты времени на проведение анализа увеличиваются соответственно в два раза.	

Приложение А

(обязательное)

Методика приготовления аттестованных растворов свинца, кадмия, меди, никеля и цинка для контроля точности измерений массовой концентрации компонентов в пробах атмосферных осадков и поверхностных вод

А.1 Назначение и область применения методики

Настоящая методика устанавливает процедуры приготовления аттестованных растворов (АР) свинца (Pb), кадмия (Cd), меди (Cu), никеля (Ni) и цинка (Zn) (далее – компоненты). АР предназначены для построения градуировочных характеристик атомно-абсорбционного спектрометра (ААС) и проведения контроля точности методики измерения массовой концентрации компонентов в атмосферных осадках и поверхностных водах особо охраняемых природных территорий методом атомно-абсорбционной спектрометрии с беспламенной атомизацией.

А.2 Метрологические характеристики аттестованных растворов

Массовые концентрации компонентов в АР и их метрологические характеристики представлены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 – Массовые концентрации компонентов и погрешности аттестованных растворов

Наименование компонента	Диапазон определяемых массовых концентраций, мкг/дм^3	Массовая концентрация компонента в АР, мкг/дм^3	Границы погрешности АР, мкг/дм^3 при P = 0,95
Свинец	От 0,50 до 20,0 включ.	0,5	± 0,064
		5,0	± 0,40
		20	± 1,40
Кадмий	От 0,02 до 2,0 включ.	0,05	± 0,004
		1,0	± 0,07
		2,0	± 0,14
Медь	От 0,50 до 20,0 включ.	0,5	± 0,064
		5,0	± 0,40
		20	± 1,40
Никель	От 1,0 до 20,0 включ.	1,0	± 0,07
		10	± 0,67
		20	± 0,14
Цинк	От 5,0 до 50,0 включ.	10	± 0,67
		25	± 1,70
		50	± 3,25

А.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, и реактивы

При приготовлении АР свинца, кадмия, меди, никеля и цинка применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- колбы мерные исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 1770–74;

- цилиндр мерный исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770–74;

- дозаторы пипеточные одноканальные со сменными наконечниками (Ленпипет) 2-го класса точности типа ДПВ с диапазонами объёмов дозирования от 0,5 до 10 мкл, от 5,0 до 50 мкл, от 40 до 200 мкл и от 200 до 1000 мкл, от 1 до 10 см^3 по ТУ 9452 001-33189998–2007;

- аквадистиллятор АДЭ–4 СЗМО по ТУ 9452–030–07514018–2004;

- прибор для получения особо чистой воды типа «Водолей» по ТУ 2.115.000.000, сертификат № 020010166 Государственного реестра

средств измерений;

- эппендорфы фирмы Costar (Германия) на 2 $см^3$ каталожный № 9589;

- вода особо чистая;

- кислота азотная, особой чистоты по ГОСТ 11125-84;

- стандартные образцы состава водных растворов ионов металлов концентрации (1±0,05) $г/дм^3$: ГСО 7012–93 (свинец), ГСО 6690–93 (кадмий), ГСО 7836–2000 (медь), ГСО 8001–93 (никель), ГСО 8053–94 (цинк);

- бутылки полиэтиленовые вместимостью 500 $см^3$ по ТУ 6-19-110–78.

А.4 Процедура приготовления

А.4.1 Приготовление особо чистой воды

Для приготовления особо чистой воды бидистиллированную воду пропускают через очистительный патрон прибора «Водолей» в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Хранят воду в полиэтиленовых бутылках.

А.4.2 Приготовление 1%-го раствора азотной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ мерным цилиндром отбирают 450 $см^3$ особо чистой воды и дозатором пипеточным добавляют 5 $см^3$ кислоты азотной особой чистоты. Объем раствора доводят до метки особо чистой водой. Раствор хранят в колбе с пришлифованной пробкой.

А.4.3 Приготовление АР свинца, кадмия, меди, никеля и цинка

А.4.3.1 АР каждого компонента готовят индивидуально в эппендорфе в объеме, равном $1 \cdot 10^{-3}$ $дм^3$ (1000 мкл), последовательным

разбавлением ГСО соответствующего компонента 1%-ным раствором азотной кислоты.

В чистый сухой эппендорф дозатором пипеточным, дозируют объём аликвоты 1%-й азотной кислоты и добавляют аликвоту исходного (разбавляемого раствора). Массовые концентрации компонента в исходных и аттестуемых растворах, объемы аликвот, составляющих аттестуемые растворы, представлены в таблице А.2.

Для приготовления АР используют дозаторы пипеточные, соответствующие дозируемому объему раствора. При переходе к новому исходному раствору меняют сменный наконечник.

Т а б л и ц а А.2 – Порядок последовательного разбавления ГСО в эппендорфах и объёмы составляющих аликвот на $1 \cdot 10^{-3}$ дм^3 аттестуемого раствора

Массовая концентрация компонента в исходном растворе, мкг/дм^3	Показатель степени разбавления	Аликвоты составляющих АР		Массовая концентрация компонента в аттестуемом растворе, мкг/дм^3	Границы погрешности АР при P=0,95, мкг/дм^3
		Объём 1%-й азотной кислоты, 10^{-6}дм^3	Объём исходного раствора компонента, 10^{-6}дм^3		
1000 000 (ГСО)	100	990	10	10 000	±568,0
10 000	10	900	100	1 000	±58,5
1 000	10	900	100	100	±6,0
1 000	20	950	50	50	±3,25
1000	40	975	25	25	±1,70
1 000	50	980	20	20	±1,40
1 000	100	990	10	10	±0,67
100	20	950	50	5,0	±0,40
100	50	980	20	2,0	±0,14
100	100	990	10	1,0	±0,07
10	20	950	50	0,5	±0,064
1,0	20	950	50	0,05	±0,004

А.4.3.2 При приготовлении АР определяемого компонента выполняют следующие процедуры:

- из таблицы А.1 задают массовую концентрацию определяемого компонента в АР;

- устанавливают по данным таблицы А.2 массовые концентрации исходных растворов, число последовательных разбавлений, показатели

степени разбавления, дозируемые объёмы аликвот исходного раствора и 1%-й азотной кислоты;

- соответственно числу последовательных разбавлений готовят сухие эппендорфы, дозируют в них дозатором пипеточным на 1000 мкл объемы аликвот раствора 1%-й азотной кислоты и соответствующим дозатором – объем аликвот исходных растворов (см. таблицу А.2).

Пример – Приготовление из ГСО аттестованного раствора с массовой концентрацией свинца 10 мкг/дм^3, 1·10^{-6} дм^3 =1 мкл.

Раствор № 1. Массовая концентрация свинца 10000 мкг/дм^3. В чистый сухой эппендорф дозатором пипеточным на 1000 мкл дозируют 990 мкл 1 %-й азотной кислоты, вскрывают ампулу ГСО раствора ионов свинца и дозатором пипеточным на 10 мкл добавляют 10 мкл раствора ГСО.

Раствор № 2. Массовая концентрация свинца 1000 мкг/дм^3. В чистый сухой эппендорф дозатором пипеточным на 1000 мкл дозируют 900 мкл 1%-й азотной кислоты и дозатором пипеточным на 100 мкл добавляют 100 мкл раствора № 1.

Раствор № 3. Массовая концентрация свинца 10 мкг/дм^3. В чистый сухой эппендорф дозатором пипеточным на 1000 мкл дозируют 990 мкл 1%-й азотной кислоты и дозатором пипеточным на 10 мкл ***добавляют 10 мкл раствора № 2.***

А.4.3.3 После приготовления каждого раствора эппендорф плотно закрывают, перемешивают раствор встряхиванием и эппендорф маркируют (наименование компонента, массовая концентрация, погрешность её установления и дата приготовления). Аттестованные растворы с концентрацией от 10000 до 100 мкг/дм^3 хранят в течение одного месяца при комнатной температуре, в закрытом пластиковом контейнере с ячейками для вертикального положения эппендорфов. Растворы с концентрацией от 0,05 до 50 мкг/дм^3 готовят в день их использования.

А.5 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов свинца, кадмия, меди, никеля и цинка

А.5.1 Метрологические характеристики АР свинца, кадмия, меди,

никеля и цинка рассчитывают по РМГ 60 (пункт 7.10).

А.5.2 При расчете погрешности аттестуемого раствора учитывают погрешности:

- ГСО водных растворов ионов металлов (по паспорту ГСО);

- используемых для разбавления дозаторов пипеточных (по паспорту) на всех стадиях разбавления.

Погрешность концентрации ГСО для всех компонентов по паспорту составляет ±0,05 г/дм^3 или ±5%.

Погрешность дозаторов пипеточных зависит от объемов дозирования и для типа ДПВ составляет:

- для объемов от 0,5 до 10 мкл – ±(10,0…2,5) %;

- для объемов от 5 до 50 мкл – ±(5,0…2,0) %;

- для объемов от 40 до 200 мкл – ±(2,0…1,5) %;

- для объемов от 200 до 1000 мкл – ±(1,5…1,0) %.

При последовательном разбавлении для каждого раствора используют значения погрешностей из таблицы А.2.

А.6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

А.6.1 По степени воздействия на организм человека вредные вещества, необходимые для приготовления АР и образцов для контроля относятся к третьему классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

А.6.2 Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны установлены по ГН 2.1.6.1338.

А.6.3 Оператора инструктируют о мерах предосторожности при работе с азотной кислотой и о соблюдении требований правил по технике безопасности [3].

А.7 Требования к маркировке и хранению

А.7.1 Маркировку эппендорфов с АР проводят с указанием

наименования компонента, массовой концентрации компонента, погрешности её установления и даты приготовления.

А.7.2 Растворы аттестованных смесей хранят в соответствии с А.4.3.3.

А.8 Требования к квалификации оператора

Аттестованные растворы может готовить оператор с образованием химика–аналитика, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

Приложение Б
(обязательное)

Форма журнала регистрации результатов измерений массовой концентрации тяжелых металлов в атмосферных осадках и поверхностных водах

Т а б л и ц а Б.1 - Форма журнала регистрации результатов измерений массовой концентрации тяжелых металлов в атмосферных осадках и поверхностных водах

Пункт отбора проб:_____
Наименование

Оператор, выполняющий отбор проб _____
инициалы, фамилия

Вид пробы	Дата отбора пробы	Наименование водоема	Массовая концентрация компонентов в атмосферных осадках и поверхностных водах, мг/дм^3				
			C_{Pb}	C_{Cd}	C_{Cu}	C_{Ni}	C_{Zn}

Оператор, выполняющий измерение_____ _____
подпись инициалы, фамилия

_____
дата

Библиография

[1] Положение о государственном мониторинге состояния и загрязнения окружающей среды (утверждено постановлением Правительства Российской Федерации от 06.06.2013 № 477, с изменением на 10 июля 2014 года, введенным в действие постановлением Правительства Российской Федерации от 10.07.2014 № 639)

[2] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. - Л.: Гидрометеоиздат, 1983 (с изменениями, утвержденными приказом Росгидромета от 30.12.2003 № 275)

[3] Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные приказом Минтруда России от 24.07.2013, №328н

[4] Унифицированные методы мониторинга фонового загрязнения природной среды. – М. Гидрометеоиздат, 1986

[5] Спектрометр атомно-абсорбционный «КВАНТ-Z.ЭТА 1». Руководство по эксплуатации. ГКНЖ.09.00.000 РЭ. - НПФ «КОРТЭК» 2010

[6] Методические рекомендации по выполнению измерений массовых концентраций алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, кремния, лития, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, сурьмы, талия, теллура, титана, хрома, цинка в питьевых, природных и сточных водах на атомно-абсорбционном спектрометре «КВАНТ-Z.ЭТА» с электротермической атомизацией. – М.: Научно-производственная фирма ООО «КОРТЭК», 2010

Ключевые слова: массовая концентрация, тяжелые металлы, особо охраняемая природная территория, проба атмосферных осадков, проба поверхностных вод, методика измерений, метод атомно-абсорбционной спектрометрии с беспламенной атомизацией, внутренний контроль точности измерений, показатель повторяемости определений компонента, показатель воспроизводимости

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

gost.e-ecolog.ru