Методика зарегистрирована в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

(регистр. код ФР.1.31.2005.01452)

МУ 08-47/167

(по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)

РЫБА, МОРЕПРОДУКТЫ, НЕРЫБНЫЕ ОБЪЕКТЫ ПРОМЫСЛА И ПРОДУКТЫ, ВЫРАБАТЫВАЕМЫЕ ИЗ НИХ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ

ТОМСК

gost.e-ecolog.ru

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

ООО «ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА «ЮМХ»

ООО «НПП «ТОМЬАНАЛИТ»

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

№ 08-47/167

Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете, ООО «ВНП Ф «ЮМХ» и ООО «НПП «Томьаналит», и регламентированная в МУ 08-47/167 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)

РЫБА, МОРЕПРОДУКТЫ, НЕРЫБНЫЕ ОБЪЕКТЫ ПРОМЫСЛА И ПРОДУКТЫ, ВЫРАБАТЫВАЕМЫЕ ИЗ НИХ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что данная МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Ртуть	От 0,004 до 0,2 включ.	18	20	40
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	14	18	38

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
Ртуть	От 0,004 до 0,2 включ.	$0{,}50 \cdot \overline{X}$	$0{,}56 \cdot \overline{\overline{X}}$
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	$0{,}39 \cdot \overline{X}$	$0{,}50 \cdot \overline{\overline{X}}$

$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации элемента.

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях

3 Дата выдачи свидетельства 1 декабря 2004 г

«СОГЛАСОВАНО»
Метролог метрологической службы ТПУ

_____ Н.П.Пикула
"1" декабря 2004 г

«СОГЛАСОВАНО»
Главный метролог ТПУ

_____ Е.Н.Рузаев
"____" _____ 2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Зам.директора по метрологии ФГУ «Томский ЦСМ»

_____ М.М.Чухланцева
"____" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ

_____ В.А.Власов
"____" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор
ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____ Г.В.Слепченко
"1" декабря 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор
ООО «НПП «Томьаналит»

_____ В.И.Чернов
"1" декабря 2004 г.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

ООО «ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА «ЮМХ»

ООО «НПП «ТОМЬАНАЛИТ»

«УТВЕРЖДАЮ»	«УТВЕРЖДАЮ»	«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ	Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»	Директор ООО «НПП «Томьаналит»
В.А.Власов	Г.Б.Слепченко	В.И.Черной
"__" 2004 г.	"__" декабря 2004 г.	"1" декабря 2004 г.

МУ 08-47/167

(по реестру метрологической службы)

РЫБА, МОРЕПРОДУКТЫ, НЕРЫБНЫЕ ОБЪЕКТЫ ПРОМЫСЛА И ПРОДУКТЫ, ВЫРАБАТЫВАЕМЫЕ ИЗ НИХ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ

«СОГЛАСОВАНО»
Метролог метрологической службы ТПУ

Н.П.Пикула
"1" декабря 2004 г

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ (МУ 08–47/167) устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации ртути при анализе проб рыбы, морепродуктов, нерыбных объектов промысла и продуктов, вырабатываемых из них и устанавливает порядок определения массовой концентрации ртути методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) в диапазоне концентраций от 0,004 до 2,0 мг/кг.

Если содержание элемента в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых содержаний, допускается взятие меньшей навески или уменьшение аликвоты из подготовленной к измерению пробы. Если содержание элемента в пробе выходит за нижнюю границу диапазона определяемых содержаний, допускается взятие большей аликвоты из подготовленной к измерению пробы или увеличение времени электронакопления. Химические помехи, влияющие на результаты определения ртути, устраняются в процессе пробоподготовки.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315-97 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные 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 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 814-96 Рыба охлажденная. Технические условия

ГОСТ 815-88 Сельди соленые. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2156-76 Реактивы. Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2405-88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212-76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4520-78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 5381-72 Редуктор. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7448-96 Рыба соленая. Технические условия

ГОСТ 7449-96 Рыбы лососевые соленые. Технические условия

ГОСТ 7452-97 Консервы рыбные натуральные. Технические условия

ГОСТ 7453-86 Пресервы из разделанной рыбы. Технические условия

ГОСТ 7630-96 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные, водоросли и продукты их переработки. Маркировка и упаковка

ГОСТ 7631-85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 7636-85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа

ГОСТ 8625-77 Манометр. Технические условия

ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9736-91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125-84 Реактивы. Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13861-89 (ИСО 2503-83) Редукторы для газо-плазменной обработки. Общие технические условия

ГОСТ 14262-78 Реактивы. Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 21400-75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24896-81 Рыба живая. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные.

Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28165-89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 28698-90 Рыба мелкая соленая. Общие технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29225-91 (ИСО 1775-75) Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ Р 51493-99 Рыба разделанная и неразделанная мороженая. Технические условия

ГОСТ Р 51494-99 Филе из океанических и морских рыб мороженое. Технические условия

ГОСТ Р 51495-99 Кальмар мороженый. Технические условия

ГОСТ Р 51496-99 Креветки сырые, бланшированные и вареные мороженые. Технические условия

ГОСТ Р 8.563-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

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.

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ

Сущность методики заключается в ИВ измерении в растворе предварительно подготовленной пробы.

Метод ИВ измерений состоит из двух основных стадий: процесса электронакопления ртути на поверхности индикаторного электрода и процесса электрорастворения ртути. Процесс электронакопления проводят при определенном потенциале в течение заданного времени. Процесс электрорастворения с поверхности электрода и регистрацию аналитического сигнала на вольтамперограмме выполняют при линейно меняющемся потенциале. Регистрируемый при электрорастворении ток имеет максимум. Потенциал максимума (пика) характеризует природу элемента, а величина максимального тока пропорциональна концентрации элемента.

Массовые концентрации элемента в испытуемых растворах пробы определяют по методу добавок в них аттестованных смесей с установленным содержанием определяемого элемента.

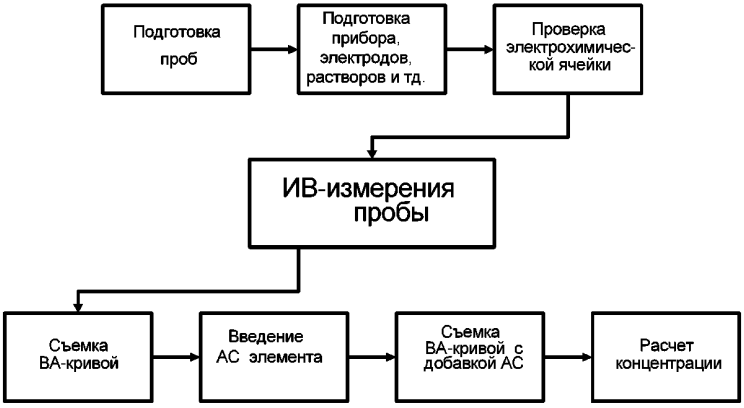


Рисунок 1. Основные этапы анализа проб методом ИВ

4 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

4.1 Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути при анализе проб рыбы, морепродуктов, нерыбные объекты промысла и продукты, вырабатываемые из них методом инверсионной вольтамперометрии обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Ртуть	От 0,004 до 0,2 включ.	18	20	40
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	14	18	38

4.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

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

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1 Средства измерений

Полярограф (РА-2, ПУ-1 или другой) в комплекте с двухкоординатным самописцем [1] и цифровым вольтметром типа Ф-2 по [2];

или вольтамперометрический комплекс СТА [3] в комплекте с IBM-совместимым компьютером (приложение Б);

или вольтамперометрический комплекс ТА [4] в комплекте с IBM-совместимым компьютером (приложение к руководству программного обеспечения).

Допускается использовать другое оборудование и приборы, обеспечивающие метрологические характеристики, соответствующие установленным характеристикам погрешности методики выполнения измерений.

Дозаторы пипеточные с дискретностью установки доз от 0,01 до 1,00 $см^3$ с погрешностью дозирования объема не более 2,5 % [5].

Пипетки мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 29227, ГОСТ 29169 и ГОСТ 29228, 2-го класса точности вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$.

Посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770: колбы мерные наливные вместимостью 25; 50; 100; 500 и 1000 $см^3$; цилиндры вместимостью 10; 25; 50 $см^3$; пробирки мерные вместимостью 10; 15; 20 $см^3$.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг.

Линейка чертежная по ГОСТ 17435

5.2 Оборудование

Аппарат для би- и дистилляции воды ГОСТ 28165 или [6].

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 °С до 150°С.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Муфельная печь типа ПМ-8, или электропечь сопротивления камерная лабораторная, по ГОСТ 9736;

или печь двухкамерная ПДП-18М (ООО «НПП «Томьаналит») [7];

или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» (ООО «ИТМ», г.Томск), обеспечивающие поддержание заданного температурного режи-

ма от 150°С до 600°С.

Стаканчики из оптически прозрачного кварца вместимостью 20 – 25 $см^3$.

Крышки-дефлегматоры конусообразной формы диаметром 25 – 35 мм высотой 20 – 25 мм из термостойкого стекла для стаканчиков.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Щипцы тигельные [8].

Посуда для транспортирования и хранения отобранных проб воды вместимостью 0,1–0,5 $дм^3$ из полимерных материалов (полиэтилена, полипропилена, поливинилхлорида, фторопласта, предназначенных для изготовления емкостей для пищевых продуктов или лекарственных препаратов).

Сборник для слива растворов ионов ртути и золота.

Допускается использовать другое оборудование и приборы, позволяющие воспроизводить метрологические характеристики, указанные в данной методике анализа.

5.3 Реактивы и материалы

Государственные стандартные образцы состава растворов ионов ртути с погрешностью не более 1 % отн. при Р = 0,95. Концентрация элемента в стандартном образце должна быть не менее 100,0 $мг/дм^3$. Например, ГСО 7263-96; МСО 0028:1998; ГСО 3497-86; ГСО 8004-93 (9К-1) с содержанием ионов ртути концентрации 1,00 $мг/см^3$ = 1000 $мг/дм^3$.

Стандартный образец состава раствора ионов золота концентрации 0,1 $мг/см^3$ ГСО 3398-90П.

Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, осч.

Кислота серная по ГОСТ 14262, осч.

Водорода перекись по ГОСТ 10929 , хч

Вода бидистиллированная [9] или вода дистиллированная, дважды перегнанная в присутствии серной кислоты (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 3 $см^3$ 3%-ного раствора перманганата калия на 1 $дм^3$ дистиллированной воды) по ГОСТ 6709.

Калия перманганат по ГОСТ 20490, хч.

Калий хлористый, осч. [10].

Гидрокарбонат натрия (сода пищевая) по ГОСТ 2156.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Шкурка шлифовальная тканевая эльборовая или шкурка шлифовальная тканевая алмазная (при использовании графитовых электродов) [11] или [12].

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Условия безопасного проведения работ

К работе с полярографом или вольтамперометрическим анализатором, нагревательными приборами и химическими реактивами допускается персонал, изучивший инструкцию по эксплуатации прибора, правила работы с химическими реактивами и химической посудой.

При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

При работе с электроустройствами соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации приборов.

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

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

6.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, владеющих техникой инверсионно-вольтамперометрического метода анализа и изучивших руководство по эксплуатации вольтамперометрического анализатора.

6.3 Условия измерений

6.1 При выполнении анализов соблюдают следующие внешние условия:

-температура окружающей среды:	(25±10) °С;
- относительная влажность воздуха:	(65 ± 15) %;
- атмосферное давление:	(760±60) мм.рт.ст. или (1,01±0,08)·10^5 Па;
- напряжение сети:	(220 ± 11) В.

Конкретные условия регистрации аналитических сигналов определяемого элемента приведены в разделах 9 настоящей методики.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Метод отбора и хранения проб должен быть указан в нормативно-технической документации для данной группы однородной продукции.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовку лабораторной посуды, приготовление растворов, отбор и предварительную обработку проб, подготовку анализатора и электродов.

8.1 Подготовка лабораторной посуды

Новую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промывают раствором пищевой соды ($NaHCO_3$), а затем азотной кислотой, и, многократно - бидистиллированной водой. Кварцевые стаканчики дополнительно обрабатывают по одному из двух способов:

- кипятят в разбавленной (1:1) азотной кислоте в течение 10 – 20 мин, ополаскивают бидистиллированной водой, после чего наливают в стаканчики 10 – 12 $см^3$ бидистиллированной воды, устанавливают в стаканчики наконечник трубки озонатора и пропускают озон в течение 20 – 30 с;

- кипятят в разбавленной (1:1) серной кислоте в течение 5 – 10 мин и прокаливают в муфельной печи при температуре 450 °С - 500 °С в течение 10 - 15 мин.

Аналогичную обработку кварцевых стаканчиков проводят после проведения анализа.

Сменные кварцевые стаканчики хранят закрытыми калькой или в эксикаторе.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Основной раствор, содержащий 100,0 мг/$дм^3$ ртути, готовят по одному из способов:

а) Приготовление из государственных стандартных образцов состава растворов с аттестованными концентрациями ртути 1000,0 мг/$см^3$

В мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$ вводят 5,0 $см^3$ стандартного образца состава ртути концентрации 1000,0 мг/$дм^3$ и 2 – 3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, доводят объем до метки бидистиллированной водой.

б) Приготовление из соли ртути по ГОСТ 4212

На аналитических весах берут навеску (0,1708 ± 0,0002) г ртути (II) азотнокислой 1-водной $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$, добавляют 1,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Таким образом, получен раствор с содержанием 1000,0 мг/$дм^3$ ионов ртути. Для приготовления основного раствора с содержанием 100,0 мг/$дм^3$ из этого раствора с помощью пипетки берут 5,0 $см^3$ раствора, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$, вносят туда же 2 – 3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и доводят объем до метки би-

дистиллированной водой.

Основной раствор ртути устойчив в течение 6 месяцев.

8.2.2 Аттестованные смеси растворов определяемых элементов готовят согласно МИ 2334 [13]

Аттестованные смеси серий АС-1, АС-2, АС-3, АС-4, АС-5 и АС-6 с содержанием по 10,0; 5,0; 2,0; 1,0; 0,50 и 0,10 мг/дм^3 ***ртути*** готовят соответствующими разбавлениями растворов в мерных колбах бидистиллированной водой согласно таблице 2.

При повторном приготовлении растворы сливают в специальный сборник, колбы не промывают водой, а заполняют свежеприготовленным раствором той же концентрации.

Таблица 2 - Приготовление аттестованных смесей ртути

Элемент	Концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/дм^3	Отбираемый объем, см^3	Объем мерной посуды, см^3	Концентрация приготовленного раствора АС, мг/дм^3	Код полученного раствора (АС)	Срок хранений, дней
Ртуть	100,0	2,50	25,0	10,0	АС-1	30
	10,0	12,50	25,0	5,0	АС-2	15
	10,0	2,0	10,0	2,0	АС-3	10
	5,0	2,0	10,0	1,0	АС-4	5
	5,0	1,0	10,0	0,5	АС-5	5
	1,0	1,0	10,0	0,1	АС-6	1

8.2.3 Растворы хлорида калия концентрации молярной концентрации 1,0 моль/дм^3

Навеску (7,46 ± 0,01) г хлорида калия помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.2.4 Раствор перманганата калия массовой концентрации 3 %

Навеску (3,0 ± 0,1) г перманганата калия ($KMnO_4$) помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.2.5 Азотную кислоту (марки х.ч.) перегоняют. Перегнанная (при температуре 120 °С) азотная кислота концентрации 12,0 моль/дм^3.

8.2.6 Приготовление раствора фонового электролита – ***для полярографа и анализатора СТА***

В стаканчик, подготовленный для проведения измерений, с помощью пипетки или дозатора вносят 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, 0,10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 0,04 $см^3$ раствора ионов золота (3+) концентрации 100,0 $мг/дм^3$.

Раствор фонового электролита готовят ежедневно непосредственно перед проведением анализа.

8.2.7 Приготовление раствора фонового электролита – ***для анализатора ТА***

В стаканчик, подготовленный для проведения измерений, с помощью пипетки или дозатора вносят 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, 0,04 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 0,02 $см^3$ раствора хлорида калия концентрации 1,0 $моль/дм^3$;

Раствор фонового электролита готовят ежедневно непосредственно перед проведением анализа.

8.3 Подготовка анализатора

Подготовку анализатора проводят в соответствии с руководством по эксплуатации и по ***Приложению Б*** – при использовании анализатора вольтамперометрического типа СТА или по ***Приложению к руководству пользователя программного обеспечения*** – при использовании анализатора вольтамперометрического типа ТА.

8.4 Приготовление электродов

8.4.1 Подготовка хлорсеребряного электрода сравнения (ХСЭ)

ХСЭ представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой хлоридом серебра, помещенная в корпус с полупроницаемой пробкой, который заполнен одномолярным раствором хлорида калия. Конец серебряной проволоки имеет токовыводящий контакт для подключения к прибору.

Перед работой корпус электрода заполняют с помощью дозатора или шприца одномолярным раствором хлорида калия, закрывают и выдерживают не менее двух часов (при первом заполнении) в одномолярном растворе хлорида калия для установления равновесного значения потенциала. Электрод перезаполняют новым раствором хлорида калия не реже одного раза в неделю.

После выполнения измерений ХСЭ хранят в одномолярном растворе хлорида калия.

8.4.2 Подготовка индикаторного графитового электрода (ГЭ) – ***для полярографа и анализатора СТА***

ГЭ изготавливают из пропитанного различными веществами графитового стержня с диаметром рабочей поверхности 3 - 5 мм. Перед работой электрод шлифуют на фильтре. При проведении измерений массовой концентрации ртути одновременно проводят электрохимическое нанесение

пленки золота на торец ГЭ непосредственно из анализируемого раствора (“*in situ*”). Для этого в 10 см^3 анализируемого раствора добавляют 0,10 см^3 концентрированной азотной кислоты и 0,04 см^3 раствора ионов золота (3+) концентрации 100 мг/дм^3; опускают электроды - ГЭ, ХСЭ; задают потенциал 0,00 В и проводят электролиз в течении 1 – 5 мин при перемешивании раствора. ГЭ хранят в сухом виде.

8.4.3 Подготовка индикаторного золотоуглеродсодержащего электрода (ЗУЭ) – ***для анализатора ТА***

Золотоуглеродсодержащий электрод (ЗУЭ) представляет собой углеродсодержащий электрод (УЭ), изготовленный по технологии «литье под давлением» из смеси технического углерода и полиэтилена, торец которого электрохимически покрывают пленкой золота. Для этого устанавливают в анализатор УЭ и ХСЭ, бюкс с раствором хлорида золота, концентрации 500 мг/дм^3. Проводят нанесение пленки, установив значение тока электролиза 0,05 mA; время электролиза - 30 сек. После окончания электролиза ЗУЭ промывают бидистиллированной водой и хранят в сухом виде.

8.4.4 Проверку работы индикаторных электродов проводят методом «введено-найдено»

для анализатора СТА по приложению Б – при использовании ГЭ; для анализатора ТА по приложению к руководству пользователя программного обеспечения – при использовании ЗУЭ.

8.5 Подготовка проб

При подготовке проб рыбы, морепродуктов, нерыбные объекты промысла и продукты, вырабатываемые из них к анализу на содержание ртути ***обязательно*** (!) проводят анализ контрольного образца («холостая» проба) в тех же условиях (в одно и то же время, с тем же количеством реактивов и т.д.), вместо пробы анализируемой рыбы берут такое же количество чистой воды, с содержанием ртути менее 0,00005 мг/дм^3.

Для анализа проб рыбы, морепродуктов, нерыбные объекты промысла и продукты, вырабатываемые из них на содержание ртути берут кусочки мускульного мяса (филе) массой 2,0 г и гомогенизируют с помощью инструментов, изготовленных из инертного материала (титан, фторопласт, кварц и т.п.). Перед измельчением свежих проб их замораживают (при минус 20°С).

8.5.1 Подготовку проб рыбы, морепродуктов, нерыбных объектов промысла и продуктов, вырабатываемых из них проводят одним из следующих способов **(с использованием комплекса пробоподготовки «Темос-Экспресс» - способ I**; с использованием печи ПДП – способ II):

I-способ:

Навеску гомогенизированной пробы массой 1 – 2 г помещают в кварцевый стаканчик объемом 15 – 20 $см^3$ (с меткой на 10 $см^3$), смачивают навеску пробы бидистиллированной водой, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (накрывают крышкой из термостойкого стекла по 7.2.3), в углубление крышки наливают бидистиллированной воды. Стаканчики с пробой для полного растворения оставляют на ночь или сразу помещают стаканчик с крышкой на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» при температуре 80 °С – 100 °С и выдерживают до полного растворения пробы. Воду в крышке меняют по мере нагревания.

После растворения пробы стаканчик с крышкой снимают с плитки, охлаждают до комнатной температуры. Поверхность крышки, которая была опущена в стаканчик, осторожно ополаскивают над стаканчиком концентрированной азотной кислотой (так чтобы кислота сливалась в стаканчик с пробой), доводят объем пробы в стаканчике до метки (10 $см^3$) концентрированной азотной кислотой.

Затем из этого стаканчика берут аликвоту растворенной пробы объемом 0,5 – 1,0 $см^3$, взятую с точностью до 0,01 $см^3$ помещают в другой чистый кварцевый стаканчик, накрывают крышкой, наливают в углубление крышки бидистиллированной воды. Стаканчик помещают на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» при температуре 110 °С – 120 °С, нагревают при этой температуре в течение 5 – 10 мин, добавляют в стаканчик с пробой 1,6 $см^3$ раствора перекиси водорода концентрации 30 % (порциями по 0,4 $см^3$ через 10 – 15 мин). Воду в крышке меняют часто, через 5 – 7 мин по мере нагревая.

После последнего добавления порции перекиси водорода через 10 мин увеличивают температуру до 120 °С – 140 °С и нагревают пробу при этой температуру в течение 5 – 10 мин. Плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» выключают, и охлаждают стаканчик с пробой до комнатной температуры.

Стаканчик вынимают и доводят объем раствора до 10 $см^3$ бидистиллированной водой, ополаскивая внутренний конус крышечки над стаканчиком бидистиллированной водой (так чтобы вода сливалась в стаканчик с пробой).

В стаканчик с пробой добавляют 0,04 $см^3$ раствора золота (III) концентрации 100 мг/$дм^3$.

Проба готова к ИВ измерению.

II-способ:

Навеску пробы рыбы массой 0,2 г помещают в чистый кварцевый стаканчик, проверенный на чистоту (на стаканчике предварительно наносят метку на уровне 10 $см^3$). В стаканчик с пробой добавляют 2,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 2,0 $см^3$ перекиси водорода (30 %).

Стаканчик накрывают крышечкой и помещают на плитку или в выпариватель печи ПДП. Выдерживают при температуре 80 °С – 90 °С до полного растворения пробы (20 – 30 мин). Постепенно поднимают температуру до 170 °С – 190 °С. При слабом кипении упаривают раствор до половины объема. Стаканчик снимаю с плитки и охлаждают.

Добавляют 2,0 $см^3$ перекиси водорода 30%. Выдерживают раствор при температуре 80 °С – 90 °С. Постепенно поднимают температуру до 170 °С – 190 °С. При слабом кипении упаривают раствор до половины объема. Стаканчик снимаю с плитки и охлаждают.

Повторяют операцию. Добавляют 2,0 $см^3$ перекиси водорода 30%. Выдерживают раствор при температуре 80 °С – 90 °С. Постепенно поднимают температуру до 170 °С – 190 °С. При слабом кипении упаривают раствор до объема 1,0 – 1,5 $см^3$.

Доводят объем раствора до 10 $см^3$ бидистиллированной водой, омывая крышечки и стенки стаканчика.

Для начала ИВ измерений вносят аликвоту подготовленной пробы, объемом 0,5 – 1,0 $см^3$ в стаканчик с проверенным на чистоту раствором фонового электролита.

8.5.2. Подготовку «холостой» пробы проводят аналогично 8.5.1, добавляя те же реактивы, в тех же количествах и последовательности, но без анализируемой пробы, используя вместо нее бидистиллированную воду.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Процедура выполнения ИВ измерений включает следующие операции

- выбирают тип индикаторного (рабочего) электрода для соответствующего анализатора согласно таблице 3;

- задают программу, включающую оптимальные электрохимические параметры ИВ измерений согласно таблицы 3 и соответственно приложения Б (для анализатора СТА) и по приложению к руководству пользователя программного обеспечения (для анализатора ТА);

- выполняют измерение в соответствии с руководством по эксплуатации, паспортом на прибор или по приложению Б (для анализатора СТА) или по к руководству пользователя программного обеспечения (для анализатора ТА).

Таблица 3 - Основные электрохимические параметры проведения измерений

Параметры	Режимы работы анализаторов вольтамперометрических		
	Полярограф универсальный	***СТА***	***ТА***
Двухэлектродная система измерения	+	+	+
Развертка потенциала	Постояннотоковая	Накопительная	Постояннотоковая
Электроды: Индикаторный (рабочий) Сравнения	Золотографитовый, "*in situ*" Хлоридсеребряный	Золотографитовый, "*in situ*" Хлоридсеребряный	Золотоуглеродсодержащий Хлоридсеребряный
Поляризующее напряжение для электронакопления элемента, В	0,00 ± 0,05	0,00 ± 0,05	- 0,60
Потенциал начала регистрации вольтамперограмм, В	0,00		+ 0,300
Конечное напряжение развертки, В	+ 0,85	+ 0,85	+ 0,750
Диапазон развертки потенциалов (начала регистрации вольтамперной кривой и конечное напряжение развертки), В	От 0,00 до + 0,85		От +0,300 до +0,750
Потенциал пика, В	0,60 ± 0,05		
Скорость линейного изменения потенциала, мВ/с	30 - 40	100	40
Время накопления, с	180 - 300	60 - 120	60
Фоновый электролит	Раствор азотной кислоты концентрации 0,12 моль/дм^3 + 0,04 см^3 раствора ионов золота концентрации 100 мг/дм^3		Раствор азотной кислоты концентрации 0,05 моль/дм^3 + 0,02 см^3 раствора хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3

9.2 При выполнении ИВ измерений массовой концентрации ртути в анализируемой пробе воды выполняют следующие операции:

- проверку электрохимической ячейки на чистоту;
- регистрацию вольтамперограммы – аналитического сигнала (I_1) ртути в растворе подготовленной пробы;
- регистрацию вольтамперограмм – аналитического сигнала (I_2) ртути в растворе с введенной добавкой АС ртути.

Величины аналитических сигналов (анодных пиков) ртути пропорциональны массовой концентрации ртути. Значение потенциала анодного пика ртути в выбранных условиях составляет (0,60 ± 0,05) В относительно ХСЭ.

9.3 Регистрацию вольтамперограмм раствора подготовленной пробы и раствора подготовленной пробы с добавкой аттестованной смеси ртути выполняют при одних и тех же режимах работы прибора до получения трех воспроизводимых вольтамперограмм.

Рекомендуемые объемы пробы и время электронакопления приведены в таблице 4.

9.4 Добавки аттестованной смеси ртути, приготовленной по 8.2, рекомендованной концентрации, вносят пипеточным дозатором или микропипеткой после регистрации вольтамперограмм пробы. Объем добавленной аттестованной смеси ($V_{доб}$) не должен превышать 5 % от объема раствора измеряемой пробы в электрохимической ячейке. Величина аналитического сигнала ртути после введения добавки аттестованной смеси ртути должна увеличиваться в 1,5 – 2 раза.

Рекомендуемые добавки аттестованной смеси ртути известной концентрации приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Рекомендуемые добавки аттестованных смесей при регистрации вольтамперограмм при анализе проб рыб на содержание ***ртути***

Диапазон определяемых концентраций ртути, мг/кг	0,004 – 0,1	0,1 – 1,0	0,2 – 2,0
Объем анализируемой пробы, $см^3$	1,0	0,5 – 1,0	0,1 – 0,5
Время электронакопления, мин	1 - 5	1 - 2	1 - 2
Концентрация АС для добавок, $мг/дм^3$	0,1 – 1,0	1,0	1,0 – 10,0
Рекомендуемый объем добавки АС, $см^3$	0,08 – 0,10	0,10	0,10

9.4 После выполнения измерений отмывку электрохимической ячейки и индикаторного электрода выполняют в соответствии с 8.1.

10 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

При использовании полярографов в комплекте с самописцем обработку результатов измерений аналитических сигналов определяемых элементов, расчет массовых концентраций элемента в пробе (мг/кг) по 10.1.

При использовании вольтамперометрического анализатора ***(СТА – приложение Б*** или по к руководству пользователя программного обеспечения (для анализатора ТА)) в комплекте с компьютером регистрацию и обработку результатов измерений аналитических сигналов и расчет массовых концентраций элемента в пробе (мг/кг) выполняет система сбора и обработки данных анализатора.

10.1 Расчет массовой концентрации элемента в пробе

10.1.1 Для определяемого элемента рассчитывают среднее арифметическое (I_1) не менее чем из трех значений воспроизводимых аналитических сигналов, полученных при регистрации вольтамперограмм раствора пробы.

Такой же расчет проводят и для вольтамперограмм при регистрации раствора анализируемой пробы с добавкой АС соответствующего элемента, получают значение I_2.

10.1.2 Вычисляют массовую концентрацию определяемого элемента (X_i) в пробе по формуле:

$$X'_i = \frac{I_1 \cdot C_д \cdot V_д \cdot V_{мин}}{(I_2 - I_1) \cdot m \cdot V_{ал}}, \text{ где} \qquad (1)$$

X'_i - содержание ртути в анализируемой пробе, мг/кг;

$C_д$ - концентрация аттестованной смеси ртути, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_д$ - объем добавки аттестованной смеси ртути, см^3;

I_1 - величина аналитического сигнала ртути в анализируемой пробе, мкА;

I_2 - величина аналитического сигнала ртути в пробе с добавкой, мкА;

m - масса анализируемой пробы, г;

$V_{мин}$ - объем минерализата, см^3.

$V_{ал}$ - объем аликвоты раствора пробы, взятой для ИВ измерения, см^3.

10.1.3 Вычисления проводят по 10.1.2 для каждой из двух параллельных анализируемых проб и «холостой» пробы, получают соответственно значения X'_1, X'_2 и $X_{хол}$.

10.1.4 Если в «холостой» пробе содержится соизмеримое количество определяемого элемента, то оценивают реальное содержание ртути в пробе.

$$X_i = X'_i - X_{хол} \quad . \qquad (2)$$

Получают соответственно X_1 и X_2.

10.2 Проверка приемлемости результатов измерений

10.2.1 Проверяют приемлемость полученных результатов параллельных определений. Расхождение между полученными результатами двух параллельных анализируемых проб не должно превышать предела повторяемости *r*. Значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений приведено в таблице 5.

Таблица 5 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел повторяемости (для четырех результатов параллельных определений), *r**
Ртуть	От 0,004 до 0,2 включ.	$0{,}50 \cdot \overline{X}$	$0{,}65 \cdot \overline{X}$
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	$0{,}39 \cdot \overline{X}$	$0{,}50 \cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации элемента			

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \qquad (3)$$

Абсолютное значение предела повторяемости рассчитывается для среднеарифметического значения результатов двух параллельных определений

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \quad . \qquad (4)$$

При выполнении условия (3) значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого элемента в пробе.

10.2.2 При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов четырех параллельных определений равен или меньше предела повторяемости r^*, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Значения предела повторяемости (r^*) для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше r^*, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости по МИ 2335-2003 [14] или разделу А.2 приложения А настоящего документа на методику.

10.3 Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение предела повторяемости результатов параллельных определений, и содержать не более двух значащих цифр.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Результаты измерений хранят в памяти компьютера (при использовании компьютеризированного вольтамперометрического анализатора) или оформляют записью в журнале. При этом приводят сведения об анализируемой пробе, условиях измерений, дате получения результата измерений. Запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

11.2 Результат измерения (анализа) в документах, выдаваемых лабораторией, представляют в следующих видах:

$\left(\overline{X} \pm \Delta\right)$, мг/кг , Р=0,95

или $\left(\overline{X} \pm \Delta_{Л}\right)$, мг/кг, Р=0,95, при условии $\Delta_{Л} \leq \Delta$,

где: $\overline{X}$ – результат измерения, полученный в соответствии с настоящим документом на методику выполнения измерений;

$\pm\ \Delta_{Л}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории;

$\pm\ \Delta$ – значения характеристики погрешности настоящей методики выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \qquad (5)$$

где δ - относительное значение показателя точности (характеристики погрешности) методики, приведенное в таблице 1.

Примечание: Характеристику погрешности результатов измерений при реализации методики в лаборатории допускается устанавливать по формуле

$$\Delta_{Л} = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (6)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 12.3 и 12.4 настоящего документа.

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

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

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности результатов анализа при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

12.2 Оперативный контроль процедуры анализа (выполнения измерений) проводят:

- при внедрении методики выполнения измерений в лаборатории;
- при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса анализа (например, при смене партии реактивов, после ремонта прибора, при длительном промежутке времени между анализами и т.д.).

Оперативный контроль процедуры анализа проводит сам исполнитель с целью проверки его готовности к проведению анализа рабочих проб.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят по МИ 2335-2003 [14] или по приложению А настоящего документа на методику.

12.3 Одной из форм ***контроля стабильности результатов анализа*** является контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории с использованием контрольных карт, реализуемый

- путем контроля и поддержания на требуемом уровне погрешности результатов измерений;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне внутрилабораторной прецизионности;
- путем контроля и поддержания на требуемом уровне повторяемости результатов параллельных определений.

12.4 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований раздела 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или по МИ 2335-2003.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильно-

сти результатов анализа возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

12.5 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРАТОРИЙ

13.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m=2), проводят с учетом требований 5.3.2.1 ГОСТ Р ИСО 5725-6 по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 6, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с 5.3.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами измерений, полученных в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 6.

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

Таблица 6 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
Ртуть	От 0,004 до 0,2 включ.	$0{,}50 \cdot \overline{\overline{X}}$
	Св. 0,2 до 2,0 включ.	$0{,}39 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях		

13.2 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

А.1 Общие положения

А.1.1 Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет непосредственно исполнитель на основе информации, получаемой при реализации отдельно взятой контрольной процедуры с использованием средств контроля.

А.1.2 Роль средств контроля выполняют:

- образцы для контроля (АС по МИ 2334-2002 [9]);
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого элемента;
- рабочие пробы стабильного состава.

А.1.3 Схема оперативного контроля процедуры анализа предусматривает:

- реализацию контрольной процедуры;
- расчет результата контрольной процедуры;
- расчет норматива контроля;
- сравнение результата контрольной процедуры с нормативом контроля;
- принятие решения по результатам контроля.

А.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов контрольных измерений

А.2.1 Получают два результата параллельных определений любого средства контроля (по А.1.2).

А.2.2 Реализуют схему контроля повторяемости (по А.1.3), получая два результата параллельных определений. Результат контрольной процедуры равен

$$r_K = |X_1 - X_2| \quad (A.1)$$

Норматив контроля повторяемости равен пределу повторяемости r при n=2, значение которого приведено в таблице 5.

Проверяют условие

$$r_K \le r \quad (A.2)$$

А.2.3 Если условие (А.2) выполняется, то рассчитывают результат контрольной процедуры анализа как среднее арифметическое из результатов двух параллельных определений.

Если $r_K > r$, то делают повторную контрольную процедуру, получая заново два результата параллельных определений.

При повторном превышении предела повторяемости процедуру анализа прекращают и выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

А.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа в условиях внутрилабораторной прецизионности

А.3.1 Образцами для выполнения данной процедуры являются средства контроля по А.1.2. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений. Отобранный объем (масса) делят на две части и анализируют в соответствии с требованиями настоящего стандарта в условиях внутрилабораторной прецизионности или различными операторами, или в различное время, или с использованием различных средств измерений и т.д., при соблюдении условий и сроков хранения проб.

Получают соответственно $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$.

А.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры

$$R_{ЛК} = \left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right|. \qquad (А.3)$$

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

$$R_{Л} = 0,84 \cdot R, \qquad (А.4)$$

где R – значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 7,

$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов, полученных в условиях внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности.

А.3.3 Результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности ($\overline{X_1}, \overline{X_2}$), считают удовлетворительными при условии

$$R_{ЛК} \le R_{Л}. \qquad (А.5)$$

А.3.4 При выполнении условия (А.5) общее среднее арифметическое $\overline{\overline{X}}$ представляют в качестве результата контрольной процедуры.

При невыполнении условия (А.5) измерения повторяют.

При повторном невыполнения условия (А.5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

А.4 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

А.4.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля Кд.

А.4.2 Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$K_K = \left|\overline{X}' - \overline{X} - C\right|, \qquad \text{где} \qquad (А.6)$$

$\overline{X}^{/}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации элемента в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*. Значение *r* приведено в таблице 6.

$\overline{X}^{/}$ - результат контрольного измерения массовой концентрации элемента в пробе без добавки - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*;

С - величина добавки.

Примечание. Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от массовой концентрации элемента в пробе без добавки.

А.4.3 Норматив оперативного контроля Кд рассчитывают по формуле

$$K_{Д} = \sqrt{\left(\Delta_{л\overline{X}^{/}}\right)^2 + \left(\Delta_{л\overline{X}}\right)^2} \text{ ,где} \qquad \text{(А.7)}$$

$\Delta_{л\overline{X}^{/}}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации элемента в пробе без добавки и в пробе с добавкой соответственно.

При установлении $\Delta_{Л}$ можно использовать примечание в разделе 11.2 настоящего документа.

А.4.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$Кк \leq Кд \, . \qquad \text{(А.8)}$$

При невыполнении условия (А.8) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

А.5 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

А.5.1 Образцами для контроля являются рабочие пробы анализируемых объектов с отсутствием данного элемента или малой концентрацией элемента, в которые введена точная концентрация искомого элемента (аттестованная характеристика – *С*). Элемент концентрации *С* вводят в пробу до стадии пробоподготовки.

А.5.2 Алгоритм проведения контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $К_к$, равного разности между результатом контрольного измерения аттесто-

ванной характеристики в образце для контроля – X и его аттестованным значением – C, с нормативом оперативного контроля точности – K.

Результат контрольной процедуры равен

$$K_K = \left| \overline{X} - C \right| . \qquad (А.9)$$

Норматив контроля точности К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_Л = 0{,}84 \cdot \Delta . \qquad (А.10)$$

А.5.3 Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$Кк \leq К . \qquad (А.11)$$

При невыполнении условия (А.11) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Б.1 Выполнение измерений с использованием анализатора СТА для определения ртути (с программным обеспечением DOS)

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный прибор.

Б.1.1 Приготовление индикаторного графитового электрода (ГЭ)

Для получения ЗГЭ поверхность графитового электрода предварительно отшлифовывают на фильтре.

Устанавливают электроды:

графитовый (катод) – в гнездо РЭ,

хлоридсеребряный (анод) – в гнездо ХСЭ.

Из команды **ВЫБОР** загружают файл «**Hg**»

Трасса Hg

Загружают или создают трассу анализа со следующими параметрами:

<table>
<tr><td>Ячейки</td><td colspan="5">1 - Вкл. 2 – Вкл. 3 - Вкл.</td><td>Тип развертки</td></tr>
<tr><td>Этапы</td><td>Время</td><td>Потен-циал</td><td>УФО</td><td>Газ</td><td>Меш.</td><td rowspan="6">Накопительная

Шаг - 4
Амплитуда – 0
Задержка 10
Задержка - 0
Заполнение - 0
Потенциал - 0,0
I рез = 11 – 12
График разв.</td></tr>
<tr><td>1. Подготов-ка раствора</td><td>0 с</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>2. Обработка раствора</td><td>0</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>3. Обработка электрода</td><td colspan="2">0 с
Цикл мс 1: 0,000
0 2 : 0,000</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>4. Очистка электрода</td><td>20 с</td><td>+0,850</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>5. Накопле-ние</td><td>60 с</td><td>0,00</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td></tr>
<tr><td>6. Успокое-ние</td><td>5 с</td><td>0,00</td><td colspan="3">Отключено</td><td rowspan="3"></td></tr>
<tr><td>7. Развертка</td><td>Скорость 100 мВ/с</td><td>+0,850</td><td colspan="3">Отключено</td></tr>
<tr><td colspan="4">Число циклов – 5
Множитель - 1· 10^{-10}
Производная – Выкл. Циклическая- Выкл.
Инверсия – Выкл. Реверс – Выкл.
Фильтр – 15</td><td colspan="2">Сплайн-разметка Выкл.
Вычитание ФОНа Выкл.</td></tr>
<tr><td colspan="6">Диапазоны поиска пиков элементов:
Элемент Hg
Потенциал +0,600
Зона [+/- мВ] 70</td></tr>
</table>

Из команды **ВЫБОР** загружают команду **ФОН**.

Б.1.2 Проверка работы ЗГЭ по контрольной пробе ртути

В стаканчик наливают 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют 0,1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 0,04 $см^3$ раствора иона золота (3+) концентрации 100,0 $мг/дм^3$. Стаканчик помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды и запускают команду «**ФОН**» (см. «Руководство пользователя»). Запускают команду «**ПУСК**» и снимают пять вольтамперограмм. Проводят их обработку («**УСРЕДНЕНИЕ**»).

Проводят команду «**ВЫХОД**». Переходят в команду «**ПРОБА**».

В стаканчик с фоновым электролитом вносят пипеткой или дозатором 0,01 $см^3$ АС ртути концентрации 0,50 $мг/дм^3$. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием ртути 0,0005 $мг/дм^3$ при объеме пробы 10,0 $см^3$.

Запускают команду «**ПРОБА**» (установите курсор на «**ПУСК/СТОП**», щелкните левой клавишей мыши один раз), производят несколько съемок вольтамперных кривых, производят их обработку («**УСРЕДНЕНИЕ**») и переходят в команду «**ДОБАВКА**».

Вводят в стаканчик с пробой еще одну добавку ртути объемом 0,01 $см^3$ концентрации 0,50 $мг/дм^3$ и запускают команду «**ПУСК**».

Пока комплекс проводит измерения, заполняют таблицу в графе «**КОЛИЧЕСТВО**».

Масса навески	0,00 [г]	
Объем пробы	10,0 [$см^3$]	
Объем минерализата	1,00 [$см^3$]	
Объем аликвоты	1,00 [$см^3$]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [$см^3$]	Концентрация АС [$мг/дм^3$]
Hg	0,01	0,5

После обработки вольтамперных кривых добавки («УСРЕДНЕНИЕ») смотрят «СОДЕРЖАНИЕ».

Если расхождение между полученными и введенными концентрациями элемента составляет <20%, золото-графитовый электрод считают пригодным к работе. После этого приступают к измерению проб в такой же последовательности. Электроды готовы к работе.

Б.2.3 Измерения при анализе пробы на содержание ртути

Одновременно проводят анализ двух параллельных и одной холостой пробы в трех стаканчиках.

Пробы, подготовленные для измерения по 8.5 настоящей методики и «холостая» проба помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду «**ПРОБА**» из колонки «**ДЕЙСТВИЯ**». Запускают команду «**ПУСК**». После каждого цикла измерений на экран выводятся очередные вольтамперограммы характерного типа. В результате выполнения серии измерений на экране должно быть по 3 - 5 вольтамперограмм в каждом из окон вывода, соответствующим ячейкам 1, 2, 3. Не воспроизводимые вольтамперограммы исключают.

После измерения по пробе сигнала ртути выходят из меню действий по пробе и входят в меню «**ДОБАВКА**». Заполняют таблицу "**КОЛИЧЕСТВО**" в меню действий «**ДОБАВКА**».

Например:

Масса навески	2,00 [г]
Объем пробы	0,00 [$см^3$]
Объем минерализата	10,0 [$см^3$]
Объем аликвоты	0,50 [$см^3$]

ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [$см^3$]	Концентрация АС [$мг/дм^3$]
Hg	0,01	1,0

Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС ртути с такими параметрами в каждую ячейку и запускают команду, нажав "**ПУСК**" в меню действий «**ДОБАВКА**».

Если к этому моменту комплекс провел измерение и разметка кривых проведена, сразу смотрят результаты анализа в таблице **СОДЕРЖАНИЕ**.

После завершения всех измерений, исключения выпавших кривых и усреднения результатов - анализ пробы на содержание ртути завершен. Окончательный результат смотрят в «**СОДЕРЖАНИЕ**» и заносят в «**АРХИВ**» (см. «Руководство пользователя» команда АРХИВ).

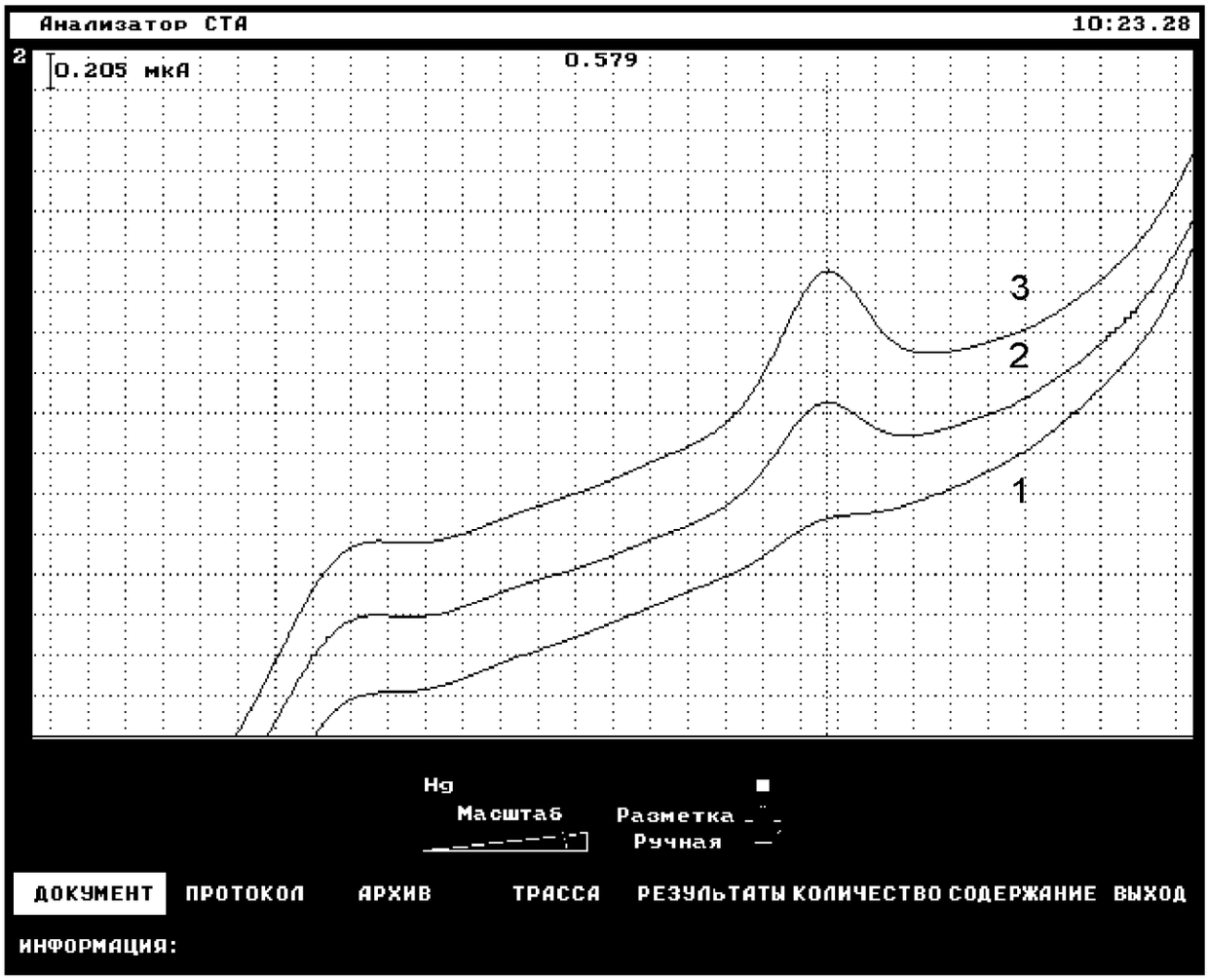


Рисунок 2. Вольтамперограмма ртути в растворе фонового электролита (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой АС ртути (3)

Б.2 Выполнение измерений массовой концентрации ртути с использованием комплекса аналитического вольтамперометрического СТА (с программным обеспечением Windows)

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный вольтамперометрический комплекс.

Состав электрохимической ячейки:

- электроды: индикаторный электрод – графитовый;
  электрод сравнения – хлорсеребряный, заполненный раствором хлорида калия концентрации 1 моль/дм^3 с сопротивлением не более 3,0 кОм.

Б.2.1. Подготовка графитового электрода, проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту

Загружают файл созданной заранее методики (например, **«Определение ртути»**), в главном меню выбирают пункт  **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ)** или создают новую.

Создание новой методики (см. «Руководство пользователя» раздел.3.1 «Создание новой методики»). В главном меню выбирают пункт  **Методика / Новая методика.** Вводят следующие параметры.

Трасса

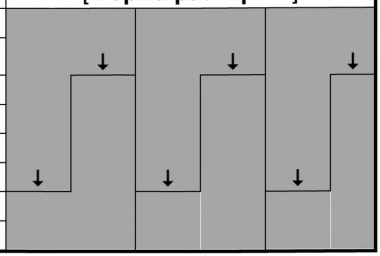
Комплекс СТА.lnk Методика

Наименование [**Определение ртути**]

Трасса		Развертка	Режим		Элемент		Контроль
		Время, с	Потенциал, В		УФО	Газ	Мешалка
	Подготовка раствора	0	0,000		-		Y
	Обработка раствора	0	0,000		-		Y
Y	Обработка электрода	20	0,000	0,000	-		Y
Y	Очистка электрода	20	0,850		-		Y
Y	Накопление	60	0,000		-		Y
Y	Успокоение	5	0,000				
Y	Развертка	90 мВ/с	0,850				

Развертка

Трасса	**Развертка**	Режим	Элемент	Контроль
Тип развертки	[**Ступенчатая**]	[**Форма развертки**]		
Диапазон тока	**0,03** мА			
Шаг развертки	**4** мВ			
Задержка 1	**90** %			
Задержка 2				
Начало импульса				
Окончание импульса				
Амплитуда				
Накопление	**3 раз**			



Режим

Трасса	Развертка	**Режим**	Элемент	Контроль
Y	Ячейка 1	Число опытов **[5]**	Фильтр **30**	
Y	Ячейка 2			
Y	Ячейка 3	Схема **[2-х электродная]**	Инверсия по току	
			Инверсия по потенциалу	
			Первая производная	

Разметка		**Форма разметки**	
[Ручная]	**[Автомат]**	**[Линия]**	**Сплайн**

Элемент

Трасса	Развертка	Режим	**Элемент**	Контроль
	Имя	Потенциал, В	Зона, мВ	
1	**Hg**	**0,600**	**50**	
2		**0,000**	**0,000**	

Контроль

Трасса	Развертка	Режим	Элемент	**Контроль**
	Элемент	Относительный предел повторяемости, r, %		Характеристика погрешности, σ, %
1	**Hg**			

Сохраняют методику: в команде главного меню «Сохранить методику» или панели управления  (например «Определение ртути в рыбе»).

Измерение фона В стаканчики наливают по 10,0 см^3 бидистиллированной воды, добавляют по 0,1 см^3 концентрированной азотной кислоты и по 0,04 см^3 раствора иона золота (3+) концентрации 100,0 мг/дм^3. Стаканчики помещают в каждую из трех электрохимических ячеек анализатора СТА, опускают электроды и запускают команду «**ФОН**» (см. «Руководство пользователя» раздел 4.2 «Запуск анализа фонового раствора»).

Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»,).

При наличии на вольтамперных кривых пиков ртути высотой более 0,2 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого элемента (или были менее 0,2 мкА).

Измерение пробы (см. «Руководство пользователя» раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»)

В стаканчики с фоновым электролитом вносят пипеткой или дозатором по 0,01 см^3 АС ртути концентрации 0,50 мг/дм^3. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием ртути 0,0005 мг/дм^3 при объеме пробы 10,0 см^3.

Запускают команду « **Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых (см. раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»).

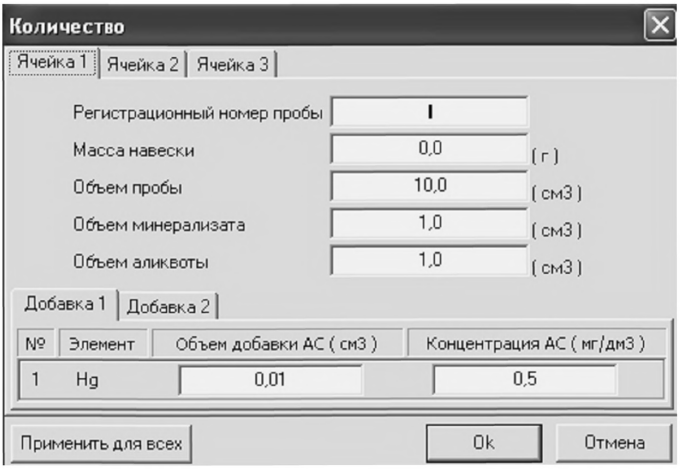
Измерение пробы с добавкой (см. «Руководство пользователя», раздел 4.7 «Запуск анализа добавки»). Программой предусмотрена возможность оценки концентрации по одной или двум добавкам АС ртути.

Вносят в стаканчики с пробой добавки АС ртути объемом 0,01 см^3 концентрации 0,50 мг/дм^3. Запускают команду **« Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку.

В окне «Результаты измерения сигналов» отображаются результаты разметки для всех типов вольтамперограмм.

Расчет массовой концентрации ртути в контрольной пробе

Заполняют таблицу «**Количество**» ., например:



Для перехода в таблицу «**Концентрация**» в главном окне на панели управления нажимают кнопку – **Окно просмотра результатов анализа.** (См.«Руководство пользователя», раздел 4.9 «Вычисление концентрации»

Если расхождение между полученными и введенными концентрациями не превышает 30%, графитовый электрод считают пригодным к работе. После этого можно приступать к измерению проб в такой же последовательности. Электроды готовы к работе. В противном случае подготовку и проверку графитовых электродов следует повторить еще раз.

Б.2.2. Измерения при анализе пробы на содержание ртути

Одновременно рекомендуется проводить анализ двух параллельных и одной холостой пробы в трех стаканчиках.

Стаканчики с пробой анализируемого объекта, подготовленные для измерения по разделу 2 Инструкции «Подготовка пробы» помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы**» (см. Руководство пользователя раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»). Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя» раздел «Обработка вольтамперных кривых»).

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС ртути в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза (например, объемом 0,01 см^3 концентрации 0,50 мг/дм^3.).

Запускают команду **«**  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

Вычисление массовых концентраций определяемого элемента.

В таблице «**Количество**»  . для каждой активной ячейки указывают: массу навески, объем пробы и концентрацию добавки.

Нажимают кнопку –  **Окно просмотра результатов анализа** в главном окне на панели управления.

В таблице представлены значения массовых концентраций ртути для каждой из параллельных проб. Нажимают кнопку [**Приемлемость**], в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа.

Создание документа. Для сохранения документа на панели управления нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ/Сохранить в архиве.** (См. «Руководство пользователя», раздел 5 «Работа с документом»).

Для печати вольтамперных кривых на принтере нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ / Печать графиков** (См. «Руководство пользователя», раздел 6 «Печать»).

Данные результата анализа могут быть распечатаны в виде протокола в формате Microsoft ® Word по существующему шаблону отчета (См. «Руководство пользователя», раздел 7.2). Так же возможно создание шаблона по требуемому типу оформления отчета (См. «Руководство пользователя», раздел 7.1).

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(Информационное)
Библиография

[1] ТУ 25-74.24.021-86 Самописец ПДА-1. Технические условия

[2] ТУ 25-04-1696-75 Вольтметр цифровой. Технические условия

[3] ТУ 4215-001-20694097-98 Комплекс СТА аналитический вольтамперометрический. Технические условия

[4] ТУ 4215-001-59681863 Комплекс ТА аналитический вольтамперометрический. Технические условия

[5] ТУ 64-1-3329-81 Дозаторы пипеточные П1-0,50 и П1-1,0

[6] ТУ 25-1173.103-84 Аппарат для бидистилляции воды. Технические условия

[7] ТУ 3443-001-36304081 Печь двухкамерная ПДП-18М. Технические условия

[8] ТУ 64-1.973-76 Щипцы тигельные. Технические условия

[9] ТУ 6-09-2502-77 Вода бидистиллированная. Технические условия

[10] ТУ 6-09-3678-74 Калия хлорид ос. ч.. Технические условия

[11] ТУ 2-036-0224450-014-89 Шкурка шлифовальная тканевая эльборовая. Технические условия

[12] ТУ 2-037-150-86 Шкурка шлифовальная тканевая алмазная. Технические условия

[13] МИ 2334-2002 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[14] МИ 2335-2003 Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

Толмачева Т.П. – инж. научно–исследовательской лаборатории микропримесей Томского политехнического университет, ООО «НПП «Томьаналит»

Пичугина В.М. – с.н.с. научно–исследовательской лаборатории микропримесей Томского политехнического университета, ООО «ВНПФ «ЮМХ»;

Слепченко Г.Б. – с.н.с., к.х.н., зав.лаб. научно–исследовательской лаборатории микропримесей ТПУ, директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»;

Пикула Н.П. – к.х.н., доцент каф.ФАХ ТПУ, эксперт по аккредитации аналитических лабораторий (центров).

© ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»

(382-2) 563-860, 563-572,

microlab@tpu.ru, www.microlab.tpu.ru

gost.e-ecolog.ru