Методика внесена в государственный Реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

ФР.1.31.2001.00217

МУ 08-47/074

(по реестру метрологической службы)

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРОБ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ (КРОВЬ, МОЧА). МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Издание второе. С изменением №1

Томск 2004

gost.e-ecolog.ru

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"АККРЕДИТОВАННАЯ
МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ
(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

№ 08-47/074 А

(взамен 08-47/074)

Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и ООО «ВНП Ф «ЮМХ» и регламентированная в МУ 08-47/074 по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета) с Изменением №1

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРОБ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ (КРОВЬ, МОЧА). МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

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 и диапазон определяемых концентраций, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ, %
Ртуть От 1,0 до 450,0 включ.	11	18	36

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

Наименование определяемого элемента и диапазон определяемых концентраций, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
Ртуть От 1,0 до 450,0 включ.	$0{,}31 \cdot \overline{X}$	$0{,}50 \cdot \overline{\overline{X}}$

$\overline{X}$ - 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** 21 июля 2004 г

Метролог метрологической службы ТПУ

_____ Н.П.Пикула

"21" июля 2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Главный метролог ТПУ

_____ Е.Н.Рузаев

"___" _____ 2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель органа ГМС,
Зам. директора по метрологии
ГУ "Томский ЦСМ"

_____ М.М.Чухланцева

_____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ

_____ В.А.Власов

"___" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____ Г.Б.Спирченко

"21" июля 2004 г.

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"
АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ
(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ
_____ В.А.Власов
"___" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»
_____ Е.Алепченко
"21" июля 2004 г.

МЕТОДИКА ВНЕСЕНА В ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В СФЕРАХ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И НАДЗОРА

ФР.1.31.2001.00217

МУ 08-47/074
(по реестру метрологической службы)

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРОБ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ (КРОВЬ, МОЧА). МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Издание второе. С изменением №1

«СОГЛАСОВАНО»
Метролог метрологической
службы ТПУ
_____ Н.П.Пикула
"21" июля 2004 г

Томск 2004

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика предназначена для анализа проб биологических объектов (моча, сыворотка крови) и устанавливает порядок определения массовых концентраций ртути методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ).

Химические помехи, влияющие на результаты определения массовой концентрации ртути, устраняются путем ультрафиолетового облучения (УФО) с помощью ртутной лампы или лампы низкого давления в присутствии окислителя и катализатора.

Диапазон содержаний определяемого элемента составляет от 1,0 мкг/дм^3 до 450,0 мкг/дм^3. Если содержание элемента в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых содержаний, допускается разбавление подготовленной к измерению пробы (до 5 раз).

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

2.1 Методика выполнения измерений массовых концентраций ртути в пробах биологических объектов (кровь, моча) методом инверсионной вольтамперометрии обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1 А.

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

Наименование определяемого элемента и диапазон определяемых концентраций, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Ртуть От 1,0 до 450,0 включ.	11	18	36

2.2 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.

(Измененная редакция, Изм. №1)
Таблица 1 (Исключена, Изм.№1)
Таблица 1 А (Введена дополнительно, Изм. №1)

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ

Методика основана на проведении инверсионно-вольтамперометрических измерений раствора пробы после ее предварительной подготовки.

Предварительная подготовка проб биологических объектов для определения массовой концентрации ртути основана на ультрафиолетовом облучении (длина волны 200 нм и более) анализируемой пробы с добавкой азотной кислоты, пероксида водорода, катализатора при помощи фотоминерализатора, ртутной лампы или лампы низкого давления в течение 45 – 180 мин при перемешивании раствора.

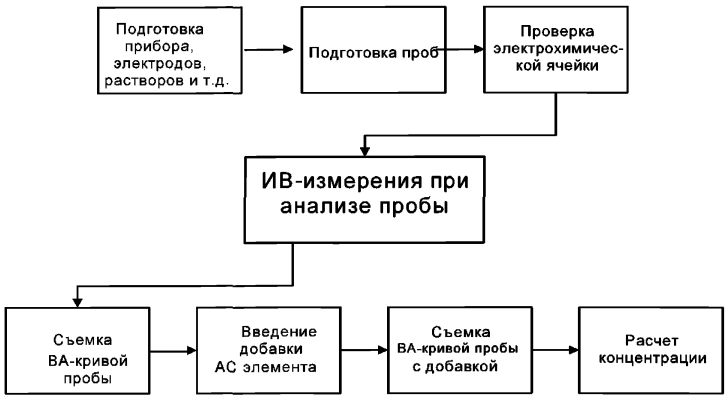
Метод ИВ-измерений основан на способности элемента, сконцентрированного на индикаторном электроде, электрохимически растворяться при определенном потенциале, характерном для данного элемента. Регистрируемый максимальный анодный ток элемента прямо пропорционально зависит от концентрации определяемого элемента.

Процесс электроосаждения ртути из раствора подготовленной пробы анализируемого объекта на индикаторном золотографитовом электроде проходит при потенциале электролиза, равном 0,0 В относительно хлорсеребряного электрода, в течение заданного времени электролиза 2 - 15 мин. Процесс электрорастворения элемента с поверхности электрода и регистрация аналитического сигнала анодного пика на вольтамперограмме (ВА-кривой) проводится при линейно-меняющемся (в сторону положительных значений) потенциале при заданной чувствительности прибора.

Потенциал максимума анодного тока (пика) ртути на фоне азотной кислоты равен (0,60 ± 0,05) В.

Массовая концентрация ртути в пробе определяется методом добавок аттестованных смесей ртути (АС).

Общая схема анализа методом ИВ состоит из последующих этапов:



4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении анализов необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами, сжатыми газами и электротехническими устройствами напряжением до 1000 В.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЯ

Анализ по данной методике может проводить химик-аналитик, владеющий техникой ИВ-метода анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации полярографа или вольтамперометрического анализатора.

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Мочу или кровь собирают в чистую стеклянную или пластмассовую посуду, предварительно обработанную азотной кислотой и многократно промытую бидистиллированной водой. Воду после смыва со стенок посуды проверяют на ртуть в чистом стаканчике по 10.1.1 - 10.1.8.

Если анализ пробы проводится не в день сдачи мочи, то она консервируется разведением (1:1) раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,22 моль/дм^3 с нагреванием до 40 °С. Хранится проба консервированной мочи в холодильнике при +4 °С не более 2-х дней. Перед проведением анализа пробу консервированной мочи следует нагреть до комнатной температуры, т.е. 20 ÷ 22 °С.

Для анализа кровь у человека берут из локтевой вены (натощак) стеклянным или полиэтиленовым шприцем. Отобранную кровь

(10 ÷ 20 $см^3$) помещают в чистые пробирки, предварительно проверенные на чистоту на ртуть.

Для предохранения крови от свертывания в пробирки добавляют антикоагулянты: соли щавелевой кислоты - оксалаты натрия и калия (1 ÷ 2 мг на 10 $см^3$ крови) или цитрат натрия (16 мг на 10 $см^3$ крови).

Кровь хранится в холодильнике при температуре +4°С не более 2-х дней.

Для анализа рекомендуется использовать две параллельных и одну резервную пробу или две параллельных и одну холостую пробу.

7 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При проведении количественного химического анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, материалы и реактивы:

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1.1 Полярограф (РА-2, ПУ-1 или другой) в комплекте с двухкоординатным самописцем и цифровым вольтметром типа Ф-203 по ТУ 25-04-1696-75;

или комплекс вольтамперометрический СТА по ТУ 4215-001-20694097-98 (приложение А);

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

7.1.2 Электроды:

- индикаторный электрод - золотографитовый на основе графита, пропитанного смесью парафина и полиэтилена;
- электрод сравнения - хлоридсеребряный в 1,0 моль/$дм^3$ *NaCl* или *KCl* с сопротивлением не более 3,0 кОм.

7.1.3 Электролитическая ячейка, или датчик, в состав которых входят:

- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 15÷ 20 $см^3$;
- приспособления для перемешивания раствора: магнитная мешалка; или стеклянная трубка с оттянутым концом для подвода инертного газа.

7.1.4 Редуктор по ГОСТ 5381-72 с манометром (140 ± 1) атм. по ГОСТ 8625-77 (при использовании инертного газа).

7.1.5 Мешалка магнитная типа ММ4 (Польша).

7.1.6 Весы лабораторные аналитические общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности по ГОСТ 24104-2000.

7.1.7 Дозаторы типа ДП-1-50 или ДП-1-200 или ДП-1-1000 или другие с дискретностью установки доз 1,0 или 2,0 мкл.

7.1.8 Шланги полиэтиленовые для подвода газа к ячейке (при использовании инертного газа).

7.1.9 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83Е или других марок.

7.1.10 Фотоминерализатор ФМ-20-1 или ФМ-20-2 (изготовитель АОЗТ "Электрум", г.Томск);

или дуговая ртутная трубчатая лампа высокого давления типа ДРТ-220, ДРТ-230, ДРТ-240;

или дуговая ртутная трубчатая лампа низкого давления типа ДРБ-20У (U-образная с баллоном из кварцевого стекла марки КУ-1, КУ-2, КУВИ, *Suprasil*).

7.1.11 Муфельная печь типа ПМ-8 или электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 600°С с погрешностью ±25 °С,

или комплекс пробоподготовки "Темос-Экспресс" с диапазоном рабочих температур от 50 ^{0}С до 650 ^{0}С с погрешностью ±15 ^{0}С (изготовитель ООО "ИТМ", г.Томск);

7.1.12 Аппарат для дистилляции воды АСД-4 по ГОСТ 15150-69 или ТУ 25-1173.103-84.

7.1.13 Щипцы тигельные ТУ 64-1.973-76.

7.1.14 Линейка чертежная мерительная по ГОСТ 17435-72.

7.2 Посуда

7.2.1 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности вместимостью 0,1; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см^3 по ГОСТ 20292-74.

7.2.2 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74: колбы наливные вместимостью 25,0; 50,0 и 100,0 см^3; цилиндры вместимостью 10,0 см^3 или пробирки мерные вместимостью 10,0; 15,0 см^3.

7.2.3 Стаканчики из кварцевого стекла марок КУ-1, КУ-2 , КУВИ, *Suprasil* объемом 20 ÷ 25 см^3.

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

7.2.5 Эксикатор по ГОСТ 21400-75.

7.2.6 Воронки аналитические D-25-38-ХС; В-100-150-ХС; В-35-50-ХС по ГОСТ 25336-82.

7.2.7 Сборник для слива растворов ртути.

7.3 Реактивы и материалы

7.3.1 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 0,1 мг/см^3 и не более 10,0 мг/см^3. Например, МСО 0028 (ГСО 3497), или МСО 0345 (ГСО 3395), или ГСО 7263, или ГСО 7263 или 8004-8006 - стандартные образцы состава водных растворов ионов ртути с концентрацией 1,0 мг/см^3 и 0,1 мг/см^3.

7.3.2 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520-78.

7.3.3 Стандартный образец состава раствора иона золота (ГСОРМ-14) ГСО 3398-90П концентрации 0,1 мг/см^3.

7.3.4 Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 11125-84 осч или по ГОСТ 4461-77 хч.

7.3.5 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 14262-78 осч или по ГОСТ 4204-77 хч.

7.3.7 Вода бидистиллированная по ТУ-6-09-2502-77 или дистиллированная по ГОСТ 6709-72, перегнанная в присутствии серной кислоты и перманганата калия (0,5см^3 концентрированной серной кислоты и 3 см^3 3%-ного раствора перманганата калия на 1 дм^3 дистиллированной воды).

7.3.8 Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

7.3.9 Калий хлористый по ТУ 6-09-3678-74 осч.

7.3.10 Пероксид водорода по ГОСТ 10929-76.

7.3.11 Калий щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 3652-69 ч.

7.3.12 Натрий щавелевокислый по ТУ 6-09-2248-77 осч.

7.3.13 Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22250-76 ч.

7.3.14 Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156-76 (сода пищевая).

7.3.15 Двуокись титана по ТУ 6-09-05-1186-82 ч.

7.3.16 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75.

7.3.17 Азот газообразный по ГОСТ 9293-74 или другой инертный газ (аргон, гелий) с массовой долей кислорода не более 0,03%.

7.3.18 Бумага индикаторная универсальная.

7.3.19 Бумага фильтровальная.

7.3.20 Бумага масштабно-координатная.

Все реактивы должны быть квалификации ОСЧ или ХЧ. Реактив по 7.3.2 применяется при отсутствии стандартных образцов.

7.1.2 (Измененная редакция, Изм. №1).

7.3.6 (Исключен, Изм. №1).

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

8.1. При выполнении анализов должны соблюдаться 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) $\cdot 10^5$ Па;

- напряжение сети (220 ± 11) В.

8.2 Конкретные условия регистрации аналитических сигналов определяемого элемента приведены в разделах 9,10 настоящей методики.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка приборов к работе

Подготовка и проверка полярографа или вольтамперометрического анализатора (СТА или др.), самописца и цифрового вольтметра или компьютера производится в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующего прибора.

9.1.1 Устанавливают следующий режим работы приборов:

- двухэлектродную систему измерений;
- постояннотоковый режим регистрации вольтамперограмм;
- поляризующее напряжение для электронакопления ртути: 0,00 В;
- потенциал начала регистрации вольтамперной кривой: 0,00 В;
- конечное напряжение развертки: +0,80 В;
- скорость линейного изменения потенциала 20...50 мВ/с;
- чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы от $5 \cdot 10^{-9}$ до $1 \cdot 10^{-8}$ А/мм (в зависимости от содержания элемента в анализируемой пробе);
- время электролиза 2...15 мин (в зависимости от содержания элемента в пробе).

9.2 Подготовка лабораторной посуды

9.2.1 Новую лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки промыть раствором азотной кислоты, а затем серной кислотой, и многократно - бидистиллированной водой. Кварцевые стаканчики дополнительно прокипятить в разбавленной (1:1) серной кислоте в течение 5...10 мин и прокалить в муфельной печи при температуре 500...600°С в течение 20...30 мин.

Сменные кварцевые стаканчики хранить закрытыми калькой или в эксикаторе в сухом виде.

Использованные стаканчики протирают двууглекислым натрием, промывают бидистиллированной водой, прокаливают в муфельной печи при температуре 450 ^{0}C ÷ 500 ^{0}C.

9.3 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения

9.3.1 Подготовка индикаторного золотографитового электрода (ЗГЭ)

ЗГЭ представляет собой графитовый торцевой электрод с нанесенной на него пленкой золота. Графитовый торцевой электрод (ГЭ) изготавливают из пропитанного различными веществами графитового стержня с диаметром рабочей поверхности (3 – 5 мм). Перед работой электрод шлифуют на фильтре. Нанесение пленки золота на торец ГЭ производится электролизом раствора ионов золота (III) непосредственно при анализе.

9.3.2 Подготовка к работе электрода сравнения

В качестве электрода сравнения используется хлоридсеребряный электрод в растворе хлорида натрия и хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3. При первом заполнении электрод выдержать не менее 2 ч.

Электрод сравнения рекомендуется отделить от анализируемого раствора диафрагмой из фильтра (или другого материала) или солевым мостиком, заполненным раствором хлорида натрия концентрации 1,0 моль/дм^3 или фоновым электролитом.

9.3.3 Проверку работы индикаторного золотографитового электрода и электрода сравнения следует проводить в соответствии с 10.1 настоящей методики.

9.4 Приготовление растворов

9.4.1 Основной раствор, содержащий 100,0 мг/дм^3 ртути

а) Приготовление из государственных стандартных образцов состава растворов с аттестованными концентрациями ртути 1,0 мг/см^3 (1,0 г/дм^3)

В мерную колбу вместимостью 50,0 см^3 вводят 5,0 см^3 стандартного образца состава ртути концентрации 1,0 мг/см^3, 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

Рекомендуется использовать инструкцию по применению государственных стандартных образцов (ГСО).

б) Приготовление из соли ртути

При отсутствии ГСО раствора ртути, а так же при проведении серийных анализов проб возможно приготовление ртути с концентрацией 100,0 мг/дм^3 из соли ртути (согласно ГОСТ 4212-76), для этого на аналитических весах берут навеску 0,1708 г ртути (II) азотнокислой 1-водной

$Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3, добавляют 50,0 см^3 бидистиллированной воды и 1,0 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Таким образом, получают раствор с содержанием 1000 мг/дм^3 ионов ртути.

Для приготовления раствора с содержанием 100,0 мг/дм^3 из раствора с 1000 мг/дм^3 ионов ртути берут 5,0см^3 и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 см^3, добавляют 25,0 см^3 бидистиллированной воды и 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты, доводят объем до метки бидистиллированной водой.

Основной раствор устойчив в течение 6 месяцев.

9.4.2 Рабочие растворы или аттестованные смеси (АС) серий АС-1, АС-2, АС-3, АС-4 с содержанием по 10,0; 1,0; 0,5 и 0,2 мг/дм^3 ртути готовят соответствующими разбавлениями растворов в мерных колбах бидистиллированной водой согласно таблицы 2. При повторном приготовлении растворы взбалтывают, сливают в специальный сборник, колбы не промывают водой, а заполняют свежеприготовленным раствором той же концентрации.

Таблица 2 - Приготовление аттестованных смесей (АС) ртути

Концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/дм^3	Отбираемый объем, см^3 для приготовления АС	Объем мерной посуды, см^3	Концентрация приготовленного раствора АС, мг/дм^3	Код раствора
100,0	2,50	25,0	10,00	АС-1
10,0	2,50	25,0	1,00	АС-2
10,0	0,50	10,0	0,50	АС-3
1,00	2,00	10,0	0,20	АС-4

АС-1 устойчив в течение 60 дней; АС-2 - в течение 14 дней;
АС-3, АС-4 - в течение 5 дней.

9.4.3 Азотную кислоту рекомендуется перегонять при температуре 120°С в кварцевых аппаратах. Перегнанная азотная кислота должна быть концентрации не менее 9 моль/дм^3.

9.4.4 Раствор хлорида калия концентрации 1,0 моль/дм^3

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

9.4.5 Раствор хлорида натрия концентрации 1,0 моль/дм^3

Навеску (0,5757 ± 0,01) г *NaCl* помещают в колбу объемом 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

9.5 Подготовка проб

Анализу на содержание ртути по данной методике подлежат пробы биологических жидкостей (моча, сыворотка крови).

Примечание: при применении пациентом лекарственных веществ, особенно антибиотиков, УФО мочи проводят с добавлением двуокиси титана, а УФО сыворотки крови увеличивают до полного разложения органических соединений (4-5 часов).

9.5.1 Подготовку ***пробы мочи*** для определения концентрации ртути проводят следующим образом:

Пробу мочи объемом 0,5 - 1,0 см^3, отмеренную с помощью пипетки или дозатора с точностью до 0,02 см^3, помещают в кварцевый стаканчик объемом 15 – 20 см^3, добавляют 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты и 0,1 см^3 пероксида водорода.

Стаканчик помещают на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» на 20 – 30 мин при температуре 80 – 100 °С. Стаканчик при этом накрывают крышкой-дефлегматором и наливают в крышку бидистиллированной воды. Воду в крышке меняют через каждые 5 – 7 мин. Затем добавляют 1,2 см^3 пероксида водорода порциями по 0,4 см^3 в течение 90 мин, увеличив температуру до 120 °С – 130 °С.

После растворения и обработки пробы стаканчики снимают с плитки (или вынимают из комплекса), охлаждают. Крышечку, ту её часть, что была опущена в стаканчик, ополаскивают бидистиллированной водой, сливая воду в стаканчик с пробой, таким образом, доводят объем пробы до 10,0 см^3. Затем в стаканчик добавляют 0,02 см^3 раствора ионов золота (3+) концентрации 100 мг/дм^3 .

Проба готова к ИВ – измерению.

9.5.2 Подготовку ***пробы сыворотки крови*** для определения концентрации ртути проводят следующим образом:

Пробу сыворотки крови объемом 0,5 - 1,0 см^3, отмеренную с помощью пипетки или дозатора с точностью до 0,02 см^3, помещают в кварцевый стаканчик объемом 15 – 20 см^3, добавляют 1,0 см^3 концентрированной азотной кислоты и 0,5 см^3 пероксида водорода.

Стаканчик помещают на плитку или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» на 20 – 30 мин при температуре 80 °С – 100 °С. Стаканчик при этом накрывают крышкой-дефлегматором и наливают в крышку бидистиллированной воды. Воду в крышке меняют через каждые 5 – 7 мин. После растворения пробы в стаканчике увеличивают температуру плитки

или комплекса до 120 °С – 130 °С и добавляют 1,6 см^3 пероксида водорода порциями по 0,4 см^3 в течение 120 мин.

После растворения и обработки пробы стаканчики снимают с плитки (или вынимают из комплекса), охлаждают до комнатной температуры. Крышечку, ту её часть, что была опущена в стаканчик, ополаскивают бидистиллированной водой, сливая воду в стаканчик с пробой, таким образом, доводят объем пробы до 10,0 см^3. Затем в стаканчик добавляют 0,02 см^3 раствора ионов золота (III) концентрации 100 мг/дм^3.

Проба готова к ИВ – измерению.

Примечание: При применении пациентом лекарственных веществ, особенно антибиотиков, пробу необходимо обработать ультрафиолетом (Фотоминерализатор ФМ-20-2). Для этого в стаканчик, приготовленный по 9.5.1 и 9.5.2 без добавки раствора золота следует опустить мешалки, поместить в Фотоминерализатор на 30 – 45 мин (при анализе мочи) и на 60 – 90 мин (при анализе сыворотки крови). Стаканчик вынимают из Фотоминерализатора, добавляют 0,02 см^3 раствора ионов золота (III) концентрации 100 мг/дм^3. Проба готова к ИВ – измерению.

9.5.3 Подготовку "холостой" пробы проводят аналогично (9.5.1 или 9.5.2), добавляя те же реактивы, в тех же количествах и последовательности, но без анализируемой пробы, используя вместо нее бидистиллированную воду.

9.2.1 (Введен дополнительно, Изм. №1).
9.3.2, 9.4.4, 9.4.5, 9.5.1, 9.5.2 (Измененная редакция, Изм. №1).

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений проб биологических объектов для определения массовой концентрации ртути методом ИВ выполняют следующие операции:

10.1 Проверка электрохимической ячейки, электродов, стаканчиков и фонового раствора ни чистоту

10.1.1 В прокаленный в муфельной печи кварцевый стаканчик вместимостью 15...20 см^3 с помощью пипетки вносят 10 см^3 бидистиллированной воды, 0,10 см^3 концентрированной азотной кислоты и 0,02 см^3 раствора иона золота (100 мг/дм^3). Стаканчик с полученным фоновым электролитом помещают в электрохимическую ячейку .

10.1.2 Подключают к прибору индикаторный электрод и электрод сравнения. Устанавливают потенциал 0,0 В. Опускают в раствор индикаторный электрод (катод) и электрод сравнения (анод).

10.1.3 Устанавливают чувствительность прибора $1\cdot10^{-8}$ А/мм и снимают вольтамперограмму (I-E) от 0,0 В до +0,80 В без электролитического

накопления.

10.1.4 Горизонтальная линия остаточного тока свидетельствует о хорошем качестве и чистоте электрода. Если наклон кривой I-E более 45 градусов, индикаторный электрод зачищают на фильтре или заменяют. При нарушении плавного вида кривой I-E заменяют раствор.

10.1.5 Если вольтамперограмма представляет собой плавную кривую, электрод считают готовым к выполнению измерений.

10.1.6 Включают газ или магнитную мешалку и проводят процесс электролиза при потенциале 0,0 В в течение 2 – 15 мин при перемешивании раствора.

10.1.7 По окончании электролиза отключают газ или мешалку и через 15 – 20 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от 0,0 В до +0,80 В. Потенциал максимума анодного тока ртути равен (+0,60±0,05) В.

10.1.8 Останавливают потенциал при +0,80 В и проводят дорастворение примесей с поверхности электрода при перемешивании раствора в течение 20 с.

10.1.9 Операции по 10.1.6...10.1.8 повторяют три раза.

10.1.10 При наличии на вольтамперограмме сигнала ртути менее 5 мм стаканчик, фоновый электролит и индикаторный электрод считают готовыми к проведению анализа. В противном случае проводят очистку электрода или стаканчика и повторяют операции по 10.1.1...10.1.9.

10.1.11 Отключают электроды от прибора, вынимают стаканчик с раствором из ячейки или датчика и выливают содержимое стаканчика в сборник растворов золота и ртути.

10.2 ИВ-измерения при анализе пробы

10.2.1 Помещают стаканчик с анализируемым раствором пробы, подготовленной по 9.5 в электрохимический датчик, опускают электроды и повторяют последовательно операции по 10.1.6...10.1.8 три раза.

10.2.2 Если высота анодного пика ртути (потенциал пика +0,55 В) будет превышать 200 мм, то изменяют чувствительность прибора или уменьшают время электролиза в соответствии с содержанием элемента в пробе (согласно таблицы 3). Если высота анодного пика элемента будет меньше 5 мм, то увеличивают или чувствительность прибора, или время электролиза.

10.2.3 Операции по 10.1.6...10.1.8 повторяют три раза в выбранных условиях.

10.2.4 Измерят линейкой высоты анодных пиков определяемого элемента.

10.2.5 В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки или дозатора вносят добавку аттестованной смеси элемента в таком объеме, чтобы высота анодного пика элемента на вольтамперной кривой увеличилась примерно в два раза по сравнению с первоначальной.

Добавку вносят в малом объеме (не более 0,2 $см^3$), чтобы предотвратить изменение концентрации раствора. Рекомендуемые добавки аттестованной смеси известной концентрации чувствительности прибора приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Рекомендуемые добавки аттестованных смесей при регистрации вольтамперограмм при анализе проб биологических объектов

Диапазон определяемых концентраций элемента мкг/$дм^3$	1... 10	10... 100	100 ... 450
Время электролиза, мин	15...10	5...10	5 ... 2
Чувствительность полярографа, А/мм	$4 \cdot 10^{-9}$...$1 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-8}$... $4 \cdot 10^{-8}$	$4 \cdot 10^{-8}$... $8 \cdot 10^{-8}$
Концентрация АС для добавок, мг/$дм^3$	5... 10	10... 100	100... 1000
Рекомендуемый объем добавки, $см^3$	0,1...0,5	0,5	0,5 ... 0,2
Объем пробы, $см^3$	0,5... 1,0	0,5... 1,0	0,5... 1,0

10.2.6 Проводят электролиз и регистрацию вольтамперограмм анализируемой пробы с введенной добавкой АС ртути по 10.1.6 - 10.1.8 три раза.

10.2.7 Измеряют высоты анодных пиков элемента в пробе с добавкой АС.

10.2.8 Выливают содержимое стаканчика в специальные емкости для сбора растворов ионов золота и ртути.

10.2.9 Протирают стаканчик двууглекислым натрием, промывают бидистиллированной водой, прокаливают в муфельной печи.

10.2.10 Операции по 10.2.1...10.2.7 проводят для каждой из параллельных анализируемых проб и для "холостой" пробы в одинаковых условиях.

10.2.11 При выполнении анализа по настоящей методике рекомендуется ведение записей условий анализа в рабочем журнале и регистрация вольтамперограммы на ленте самописца с указанием пробы и условий анализа согласно таблице 4.

Таблица 4 - Рекомендуемая форма записи результатов измерений при анализе проб

Анализируемая проба (характеристика, номер, дата...)	Условия измерений (чувствительность; время накопления; объем пробы)	Определяемый элемент	Высота пика элемента в пробе, мм, или ток, А	Добавка АС ($V_д$, $см^3$, Сдоб., мг/$дм^3$)	Высота пика элемента после добавки АС, мм, или ток, А

10.1.1, 10.1.5 (Измененная редакция, Изм. №1).

11 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Обработку результатов измерений аналитических сигналов (высот анодных пиков определяемого элемента) и расчет концентраций в анализируемой пробе проводят следующим образом:

11.1 Расчет величин максимальных анодных токов

11.1.1 Для определяемого элемента рассчитывают среднее из трех значений высот анодных пиков, полученных при 3-5-кратной регистрации вольтамперограммы пробы, не учитывая первую вольтамперограмму.

11.1.2 По средней высоте анодного пика для данного элемента вычисляют значение максимального анодного тока металла по формуле (1):

$$I_i = h_i \cdot \alpha, \qquad (1)$$

где : I_i - величина максимального анодного тока данного элемента в данной пробе, А;

h_i - средняя высота пика элемента в пробе, мм;

α - чувствительность прибора при регистрации данного пика, А/мм.

Такой расчет проводят для вольтамперных кривых при регистрации анализируемой пробы (i =1) и пробы с добавкой (i =2) аттестованной смеси элемента.

11.1.3 Если регистрацию вольтамперограмм пробы и пробы с добавками АС проводят без изменения чувствительности прибора, то операции по 11.1.2 можно не проводить, используя в дальнейших расчетах величины высот пиков вместо токов пиков.

11.2 Расчет содержания элемента в пробе

11.2.1 Рассчитывают содержание элемента в анализируемой пробе по формуле (2):

$$X_i = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д \cdot 1000}{(I_2 - I_1) \cdot V_{пр}}, \text{ где} \qquad (2)$$

X - содержание данного элемента в анализируемой пробе, мкг/дм^3;

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

$V_Д$ - объем добавки АС элемента, см^3 ;

I_1 - величина максимального анодного тока элемента в анализируемой пробе, А;

I_2 - величина максимального анодного тока элемента в пробе с добавкой АС, А;

$V_{пр}$ - объем пробы, взятой для анализа и подвергнутой пробоподготовке, см^3.

Таким образом, получен результат первой параллельной пробы (X')

11.2.2 Аналогичные вычисления проводят по 11.1.1...11.2.1 для второй параллельной анализируемой пробы и "холостой" пробы. Получают соответственно значения X" и $X_{хол}$.

11.2.3 Если в "холостой" пробе содержится соизмеримое количество определяемого элемента, то оценивают реальное содержание элемента в каждой из параллельных проб:

$$X_1 = X' - X_{хол}$$
$$X_2 = X'' - X_{хол} \quad (3)$$

11.2.4 Результаты измерений и вычислений рекомендуется оформлять записью в журнале по форме, приведенной в таблице 5.

Таблица 5 - Рекомендуемая форма записи результатов анализа проб

Проба (номер, характеристика)	Номер параллельного определения	Содержание элемента в пробе, мкг/дм^3	Содержание элемента в холостой пробе, мкг/дм^3	Реальное содержание элемента, мкг/дм^3

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений

11.3.1 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 6 А.

Таблица 6 А - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон определяемых концентраций, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений), r^*
Ртуть От 1,0 до 450,0 включ.	$0{,}31 \cdot \overline{X}$	$0{,}36 \cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации элемента		

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

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

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

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

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

11.3.2 При превышении предела повторяемости (*r*) необходимо дополнительно использовать еще один результат параллельного определения. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов трех параллельных определений равен или меньше предела повторяемости r^*, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений. Значения предела повторяемости (r^*) для трех результатов параллельных определений приведены в таблице 6 А.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости по МИ 2335-2003 « Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или разделу Б.2 приложения Б настоящего документа на методику.

11.4 Оформление результатов измерений

11.4.1 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.

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

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

или $\left(\overline{X} \pm \Delta_Л\right)$, мкг/ дм^3, P=0,95, при условии $\Delta_Л \leq \Delta$,

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

± $\Delta_Л$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики лаборатории;

± Δ – значения характеристики погрешности настоящей методики выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле

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

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

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

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

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 13.3 и 13.4 настоящего документа.

11.2 (Измененная редакция, Изм. №1).
11.2.5, 11.2.6, 11.2.3 Со слов «Форма представления результата» (Исключены, Изм. №1).
11.3, 11.4 (Введены дополнительно, Изм. №1).
Таблица 6 А Введена дополнительно (Изм. №1).

12 (Исключен, Изм. №1).

Таблицы 6, 7, 8 (Исключены, Изм. №1).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

13.1 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).

13.2 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 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или по приложению Б настоящего документа на методику.

13.3 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.

13.4 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 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов анализа возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

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

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРАТОРИЙ

14.1 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 7 А, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с разделом 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 7 А.

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

Таблица 7 А - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон определяемых концентраций, мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов), R
Ртуть От 1,0 до 450,0 включ.	$0{,}50 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ - среднеарифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях	

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

13,14 (Введены дополнительно, Изм. №1).

Таблица 7 А (Введена дополнительно, Изм. №1).

Приложение А
ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АНАЛИЗАТОРА СТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РТУТИ
Программное обеспечение DOS

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

А.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="2">1 - Вкл.</td><td colspan="2">2 – Вкл.</td><td colspan="2">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>Накопительная</td></tr>
<tr><td>1. Подготовка раствора</td><td>0 с</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td rowspan="5">Шаг - 4
Амплитуда – 0
Задержка 1-10
Задержка 2 - 0
Заполнение - 0
Потенциал - 0,0

I рез = 11 – 12
График разв.</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">20 с
Цикл мс 1: 0,000
200 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. Накопление</td><td>60 с</td><td>0,00</td><td>Выкл.</td><td>Выкл.</td><td>Вкл</td></tr>
<tr><td>6. Успокоение</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="3">Сплайн-разметка Выкл.
Вычитание ФОНа Выкл.</td></tr>
<tr><td colspan="7">Диапазоны поиска пиков элементов:
Элемент Hg
Потенциал +0,600
Зона [+/- мВ] 70</td></tr>
</table>

Из команды «ВЫБОР» загружают «ФОН».

А.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.

А.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

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 Hg выходят из меню действий по пробе и входят в меню "ДОБАВКА". Заполняют таблицу "КОЛИЧЕСТВО" в меню действий по ДОБАВКЕ.

Например:

Масса навески	1,00 [г]	
Объем пробы	-	
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

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

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).

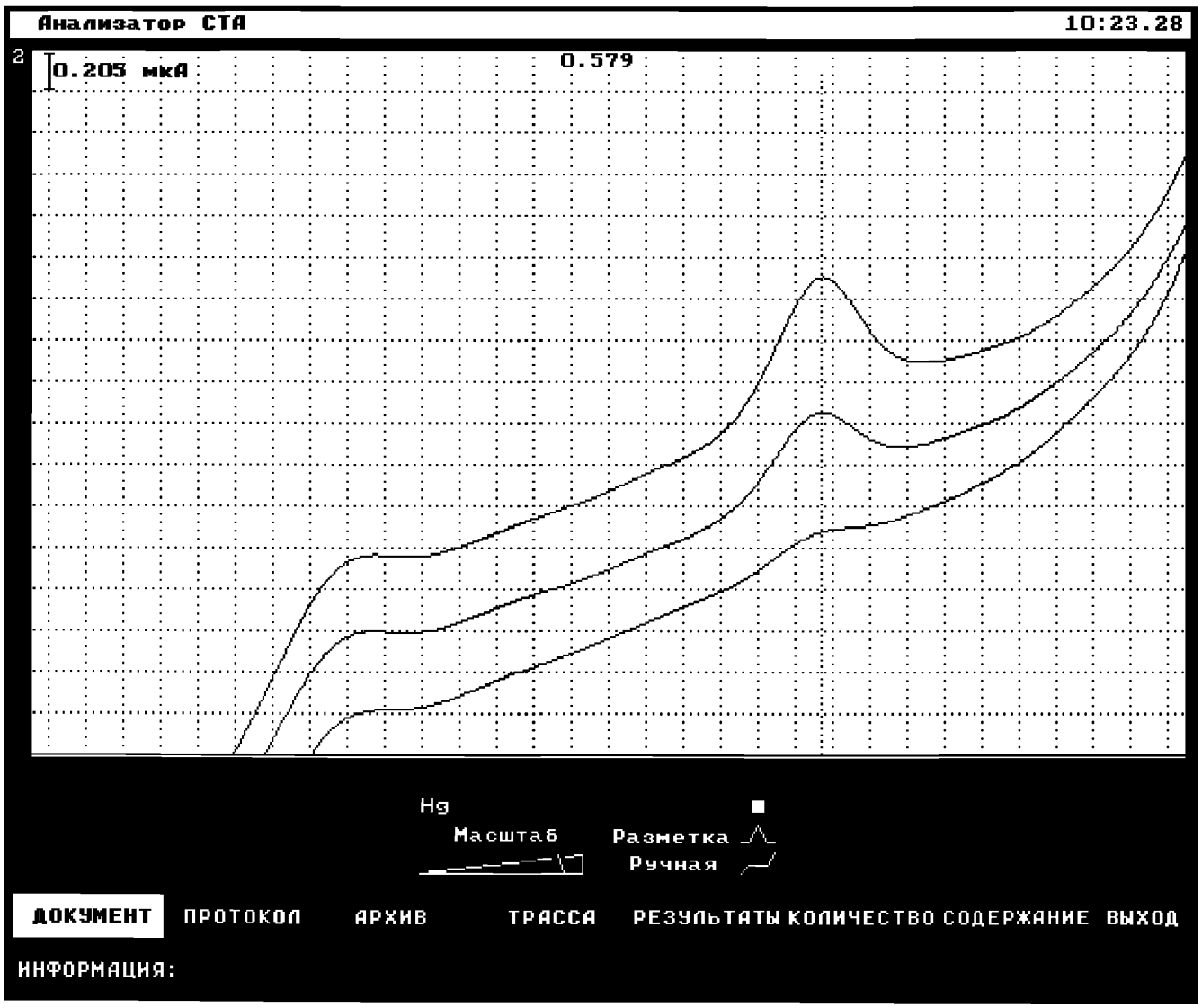


Рисунок. Вольтамперограмма ртути в пробе (1) и в пробе с добавкой стандартных растворов (2)

А1, А2, А.3.4 (Измененная редакция. Изм. №1).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

Б.1 Общие положения

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

Б.1.2 Роль средств контроля выполняют:

- образцы для контроля (АС по МИ 2334-2002 «Смеси аттестованные. Общие требования к разработке»);
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого элемента;
- рабочие пробы стабильного состава.

Б.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.

Б.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов контрольных измерений

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

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

$$r_K = |X_1 - X_2| . \qquad (Б.1)$$

Норматив контроля повторяемости равен пределу повторяемости r при n=2, значение которого приведено в таблице 6 А.

Проверяют условие

$$r_K \le r . \qquad (Б.2)$$

Б.2.3 Если условие (Б.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.

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

Б.3.1 Образцами для выполнения данной процедуры являются средства контроля по Б.1.2. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему (массы), 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 $\overline{X_2}$.

Б.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры

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

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

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

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

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

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

$$R_{ЛК} \le R_{Л}. \qquad (Б.5)$$

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

При невыполнении условия (Б.5) измерения повторяют.

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

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

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

Б.4.2 Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$K_K = \left| \overline{X}^{/} - \overline{X} - C \right|, \quad \text{где} \qquad (Б.6)$$

$\overline{X}^{/}$ - 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 А.

$\overline{X}$ - 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.

Б.4.3 Норматив оперативного контроля Кд рассчитывают по формуле

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

$\Delta_{л\overline{X}^{/}}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – 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 11.4.2 настоящего документа.

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

$$Кк \le Кд . \qquad (Б.8)$$

При невыполнении условия (Б.8) эксперимент повторяют.

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

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

Б.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.

Б.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 аттестованной характеристики в образце для контроля – *Х* и его аттестованным значением – *С*, с нормативом оперативного контроля точности – *К*.

Результат контрольной процедуры равен

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

Норматив контроля точности К рассчитывают по формуле:

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

Б.5.3 Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$Кк \le К\,. \qquad (Б.11)$$

При невыполнении условия (Б.11) эксперимент повторяют.

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

(Введено дополнительно, Изм. №1).

ИНСТРУКЦИЯ 1
Выполнение измерений с использованием вольтамперометрического анализатора СТА (с программным обеспечением Windows)
РТУТЬ

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.

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

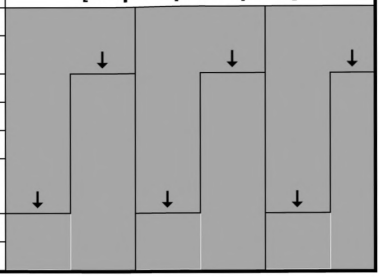
Комплекс СТА.bk Методика

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	0,00 0	0,00 0	-		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 **50**	
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**	**31**	**36**

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

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»).

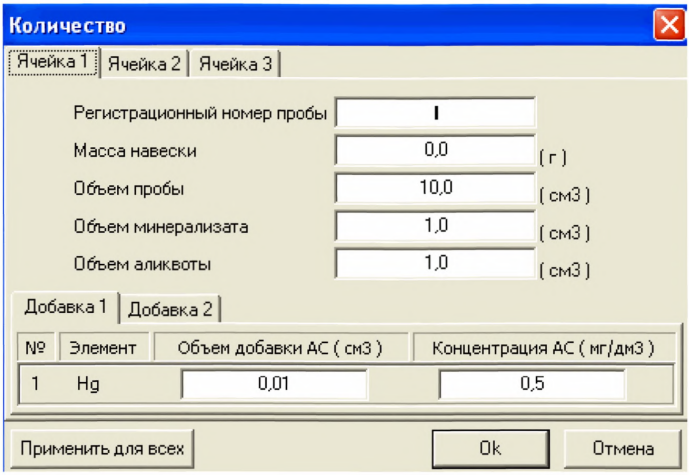
Измерение пробы с добавкой (см. «Руководство пользователя», раздел 4.7 «Запуск анализа добавки»). Программой предусмотрена возможность оценки концентрации по одной или двум добавкам АС ртути.

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 результаты 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.

Измерения при анализе реальной 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 «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.

Сохранение 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).

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"
АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА НИЛ МИКРОПРИМЕСЕЙ ТПУ И ТЦСМ
(свидетельство об Аккредитации № РОСС RU 01.00017 от 25.12.95)

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ (№ 08-47/074)

Методика выполнения измерений массовых концентрации ртути в крови и моче методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и ВНПФ "ЮМХ" и регламентированная в МУ 08-47/074 (по реестру метрологической службы).

"КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРОБ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ (КРОВЬ, МОЧА). МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ РТУТИ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ",

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования МВИ.

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

1. Значения характеристики относительной погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон измеряемых содержаний, мкг/дм^3	Характеристика погрешности, (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей), $\sigma(\delta)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью), $\pm\delta_c$, %
РТУТЬ от 1,0 до 450,0 вкл.	39	20	незначима

2. Значение нормативов оперативного контроля

2.1 Значения нормативов оперативного контроля случайной составляющей относительной погрешности (сходимости и воспроизводимости) при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого элемента и диапазон измеряемых содержаний, мкг/дм³	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, % (для двух результатов измерений, m=2)	Норматив оперативного контроля сходимости, d, % (для двух результатов параллельных определений, n=2)
РТУТЬ от 1,0 до 450,0 вкл.	55	30

2.2. Значения нормативов оперативного контроля относительной погрешности при проведении контроля с использованием образцов для контроля

Наименование определяемого элемента и диапазон измеряемых содержаний, мкг/дм³	Норматив внешнего оперативного контроля погрешности, К, % (P=0,95)	Норматив внутрилабораторного оперативного контроля погрешности, К` , % (P=0,90)
РТУТЬ от 1,0 до 450,0 вкл.	39	33

2.3 Значения нормативов оперативного контроля погрешности при проведении контроля методом добавок

Норматив оперативного контроля погрешности (допускаемое значение разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой - X' , пробы - X и величиной добавки - C) во всем диапазоне измеряемых содержаний определяемого элемента рассчитывают по формулам :

- при проведении внутрилабораторного контроля (P=0,90) :

$$K_1' = 0{,}84\sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta x)^2} \quad , \text{мкг/дм}^3$$

- при проведении внешнего контроля (P=0,95) :

$$K_1 = \sqrt{(\Delta x')^2 + (\Delta x)^2} \quad , \text{мкг/дм}^3$$

где

Δx ($\Delta x'$) - характеристика погрешности, соответствующая содержанию определяемого элемента в исходной рабочей пробе (рабочей пробе с добавкой);

$\Delta x = 0{,}01 * \delta_x * X$ (X - содержание определяемого элемента в пробе);

$\Delta x' = 0{,}01 * \delta_{x'} * X'$ (X'- содержание определяемого элемента в пробе с добавкой)

Метролог аккредитованной
метрологической службы

_____ Н.П.Пикула
"2" июля 1997 г.

СОГЛАСОВАНО
Зам.директора
УНИИМ

_____ И.Е.Добровинский
"14" 07 1997г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНПФ
"ЮМХ"

_____ Г.Б.Слепченко
"2" 07 1997г.

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по НР
ТПУ

_____ В.Я.Ушаков
1997г.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

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

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

ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»

(382-2) 563-860,

microlab@tpu.ru,

gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru