ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора
ФГБУ «Федеральный центр анализа оценки техногенного воздействия»

_____ **А.Г.Кудрявцев**

"15" декабря 2017 г

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ НАТРИЯ, КАЛИЯ, ЛИТИЯ, СТРОНЦИЯ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ПЛАМЕННО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

ПНД Ф 14.1:2:4.138-98

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(издание 2017 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика измерений аттестована Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» Уральского отделения РАН (Аттестат аккредитации № RA.RU.310657 от 12.05.2015), рассмотрена и одобрена федеральным государственным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФГБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики введено в действие взамен ПНД Ф предыдущего издания и действует со 2 июля 2018 года до выхода нового издания.

Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах gost.e-ecolog.ru в разделе «Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений» и gost.e-ecolog.ru разделе «Методики анализа».

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:
© ЗАО «РОСА», 1998
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7, стр. 3
Телефон: (495) 502-44-22, телефон/факс: (495) 439-52-13
http:// gost.e-ecolog.ru
e-mail: gost.e-ecolog.ru

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

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовых концентраций натрия, калия, лития, стронция пламенно-эмиссионным методом в пробах питьевых, природных и сточных вод.

Примечание – Под питьевыми водами подразумеваются воды централизованных и нецентрализованных систем водоснабжения, воды расфасованные в емкости (упакованная питьевая вода), минеральные воды. Под природными водами подразумеваются поверхностные и подземные воды, в том числе источники питьевого водоснабжения, грунтовые, талые, атмосферные осадки (дождь, снег, град). Под сточными водами подразумеваются воды производственные, хозяйственно-бытовые, ливневые и очищенные.

Допускается применение методики для анализа вод бассейнов и аквапарков, технических вод (открытых и закрытых систем технического водоснабжения, восстановленных), вытяжек (из материалов, используемых в системах водоснабжения, из продукции, изготовленной из полимерных материалов, из укупорочных материалов, из продукции текстиля, меха и кожи, из материалов, используемых при изготовлении игрушек и прочей продукции).

Диапазоны измерений массовых концентраций определяемых показателей указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень определяемых показателей и диапазоны измерений

Элемент	Диапазон измерений, мг/дм^3	Диапазон измерений массовых концентраций, требующий разбавления, мг/дм^3
Калий	1-5000	3-5000
Литий	0,001-10	0,04-10
Натрий	1-20000	10-20000
Стронций	0,01-1000	2-1000

Определению лития в значительной степени мешает стронций, гидроксид которого дает молекулярную полосу в области резонансной линии лития. Мешающее влияние стронция устраняют добавлением нитрата алюминия или смеси нитрата алюминия и нитрата (или хлорида) цезия, гасящих излучение стронция.

Определению щелочных металлов мешает кальций, если отношение массовых концентраций кальция и натрия (калия) превышает 10. Кроме того, определению калия мешает натрий, если отношение массовых концентраций натрия и калия превышает 5 и наоборот, определению натрия мешает калий, если отношение массовых концентраций калия и натрия превышает 5. Мешающее влияние процесса ионизации щелочных металлов минимизируется добавлением раствора соли цезия.

При определении стронция мешающее влияние присутствующих в пробе компонентов устраняют добавлением в пробу раствора хлорида лантана.

Блок-схема анализа приведена в приложении А.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

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

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

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

ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия.

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

ГОСТ 3757-75 Реактивы. Алюминий азотнокислый 9-водный. Технические условия.

ГОСТ 5457-75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

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

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.

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

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 28311-89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытания.

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб.

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

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р 56237-2014 Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

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

МУ 2.1.4.2898-11 Методические указания. Санитарно-эпидемиологические исследования (испытания) материалов, реагентов и оборудования, используемых для водоочистки и водоподготовки.

МУК 4.1/4.3.2038-05 Методы контроля. Химические факторы/физические факторы. Санитарно-эпидемиологическая оценка игрушек. Методические указания.

ТУ 6-09-1678-95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).

ТУ 6-09-4773-84 Хлориды иттрия и редкоземельных элементов (лантана, празеодима, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, неодима, самария).

Примечание – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазоны измерений определяемых показателей, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), ±δ, %
Калий			
от 1 до 10 включ.	8	10	20
св. 10 до 100 включ.	5	6	12
св. 100 до 5000 включ	3	4	8
Литий			
от 0,001 до 0,01 включ.	15	18	36
св. 0,01 до 0,1 включ.	12	15	30
св. 0,1 до 10 включ	8	10	20

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R,%	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), ±δ, %
Натрий			
от 1 до 10 включ.	7	8,5	17
св. 10 до 200 включ.	6	7,5	15
св. 200 до 20000 включ.	4	5	10
Стронций			
от 0,01 до 1 включ.	14	15	30
св. 1 до 10 включ.	9	10	20
св. 10 до 1000 включ.	7	7,5	15

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на измерении интенсивности излучения атомов натрия, калия, лития и стронция на соответствующих резонансных линиях элементов при возбуждении их в пламени ацетилен-воздух.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, стандартные образцы.

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1 Весы лабораторные общего назначения специального или высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 300 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Дозаторы с варьируемым объемом (0,5 – 5,0) см^3 по ГОСТ 28311.

Примечание – Допускается использовать для разбавления проб программируемый разбавитель, например типа Dilutor-401 (фирма Gilson).

5.1.3 Спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором, работающий в эмиссионном режиме в спектральном диапазоне (400 – 800) нм.

5.1.4 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501.

5.1.5 Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или баня песчаная.

5.1.6 Печь микроволновая с закрытыми стаканами, например Mars 5 (или 6) фирмы CEM.

5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Емкости полиэтиленовые для отбора и хранения проб вместимостью 500 $см^3$.

5.2.2 Колбы мерные вместимостью 25; 50; 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.2.3 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 по ГОСТ 29227, класс точности 2.

5.2.4 Стаканы из термически и химически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.5 Цилиндры мерные вместимостью 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.3 Реактивы и материалы

5.3.1 Алюминий азотнокислый, девятиводный, (нитрат алюминия) $Al(NO_3)_3 \times 9H_2O$, ч.д.а. по ГОСТ 3757.

5.3.2 Ацетилен растворенный газообразный по ГОСТ 5457.

5.3.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты) (далее – вода дистиллированная).

5.3.4 Воздух сжатый по ТУ 2114-002-14555954.

5.3.5 Кислота соляная, ос.ч. по ГОСТ 14261, или стандарт-титр $C(HCl)=0,1$ моль/$дм^3$ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273.

5.3.6 Кислота азотная, ос.ч. по ГОСТ 11125.

5.3.7 Лантан хлористый семиводный, х.ч. по ТУ 6-09-4773.

5.3.8 Перекись водорода (30 – 40)% по ГОСТ 177.

5.3.9 Цезий азотнокислый (нитрат цезия) $CsNO_3$, х.ч. по ТУ 6-09-437 или цезий хлористый (хлорид цезия) CsCl, х.ч. по ТУ 6-09-4066-79 .

5.3.10 Бумага универсальная индикаторная, позволяющая измерять значение pH в диапазоне от 1 до 12 ед. pH с шагом 1 ед. pH.

5.3.11 Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (тип МФА-МА по ТУ 6-05-1903) и 5 мкм, или аналогичные.

5.3.12 Фильтры обеззоленные «синяя лента», «белая лента», например по ТУ 6-09-1678.

5.4 Стандартные образцы. Аттестованные растворы. Вещества гарантированной чистоты

Стандартные образцы (СО) состава водных растворов натрия, калия, лития и стронция с относительной погрешностью аттестованных значений массовых концентраций не более ±1% при P=0,95.

Примечание – Допускается использование оборудования, материалов и реактивов с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных, в том числе импортных.

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

6.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

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

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, владеющие методом пламенного атомно-абсорбционного и эмиссионного анализа, знающие принцип действия, конструкцию и правила эксплуатации данного оборудования.

7.2 К выполнению работ по пробоподготовке допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, обученные методике подготовки проб и изучившие правила эксплуатации используемого оборудования.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	(20 – 28) °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

9.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ Р 56237. Пробы поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков (дождь, снег, град) отбирают в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Лед, снег и град переводят в талую воду при комнатной температуре. Вытяжки (водные, солевые, буферные и пр.) готовят в соответствии с требованиями, установленными нормативными документами на исследуемый объект.

Отбор проб воды осуществляют в емкости из полиэтилена. Объём отбираемой пробы воды должен быть не менее 100 $см^3$.

9.2 Срок хранения пробы (фильтрата при определении растворенных форм элементов) до начала анализа – 14 суток без принудительного охлаждения и консервации.

Если в указанный срок анализ не начат, то проба (фильтрат) может дополнительно храниться в течение 1 месяца при консервации добавлением приблизительно 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты на 100 $см^3$ пробы.

Примечание – Допускается хранить пробы при температуре (2 – 10) °С.

9.3 При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа;
- место, дата и время отбора;
- шифр пробы;
- должность, фамилия сотрудника, отбирающего пробу.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

10.1 Подготовка прибора

Подготовку спектрометра к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Длину волны и ширину щели выбирают в соответствии с рекомендациями производителя конкретной модели спектрометра, расход газов и скорость распыления оптимизируют для каждого индивидуального прибора и определяемого металла.

Рекомендуемые условия определения для модели Solaar S4 (фирма Thermo) приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Рекомендуемые условия определения калия, лития, натрия и стронция на спектрометре Solaar S4 (Thermo)

Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Расход ацетилена, $дм^3$/мин
Калий	766,5	0,5	1,2
Литий	670,8	0,5	1,1
Натрий	589,0	0,5	1,0
Стронций	460,7	0,2	1,2

10.2 Приготовление растворов

10.2.1 Раствор азотной кислоты объемной доли 1 %

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают (700 – 800) $см^3$ дистиллированной воды и осторожно прибавляют 10 $см^3$ концентрированной азот-

ной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.2 Раствор азотной кислоты объемной доли 5 %

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают (700 – 800) $см^3$ дистиллированной воды и осторожно прибавляют 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.3 Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают (700 – 800) $см^3$ дистиллированной воды и осторожно прибавляют 8 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

При использовании фиксаналов соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают (700 – 800) $см^3$ дистиллированной воды и в колбу количественно переносят содержимое ампулы, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.4 Спектроскопический буферный раствор соли цезия

(58,0 ± 0,5) г нитрата цезия или (50,0 ± 0,5) г хлорида цезия растворяют в (150 – 200) $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$, содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

В закрытом стеклянном сосуде раствор устойчив в течение 3 месяцев при комнатной температуре.

10.2.5 Спектроскопический буферный раствор $CsNO_3 + Al(NO_3)_3$ или $CsCl + Al(NO_3)_3$

(5,8 ± 0,1) г нитрата цезия или (5,0 ± 0,1) г хлорида цезия и (25,0 ± 0,1) г нитрата алюминия девятиводного растворяют в мерном стакане в (60 – 70) $см^3$ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

В закрытом стеклянном сосуде раствор устойчив в течение 3 месяцев при комнатной температуре.

10.2.6 Спектроскопический буферный раствор хлорида лантана

В стакане вместимостью 1000 $см^3$ растворяют (250 ± 1) г хлорида лантана семиводного в (500 – 600) $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$, фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем до метки тем же раствором соляной кислоты.

В закрытом стеклянном сосуде раствор устойчив в течение 3 месяцев при комнатной температуре.

10.2.7 Градуировочные растворы

*10.2.7.1 Основной градуировочный раствор **натрия** с массовой концентрацией 100 мг/дм^3*

5 см^3 стандартного раствора ***натрия*** (СО) с массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 % и перемешивают. Срок хранения основного градуировочного раствора натрия – 2 месяца при температуре (2 – 10) °С.

*10.2.7.2 Основной градуировочный раствор **калия** с массовой концентрацией 100 мг/дм^3*

5 см^3 стандартного раствора ***калия*** (СО) с массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 % и перемешивают. Срок хранения основного градуировочного раствора калия – 2 месяца при температуре (2 – 10) °С.

*10.2.7.3 Градуировочные растворы **натрия и калия** для построения градуировочной характеристики*

Градуировочные растворы натрия и калия, используемые для установления градуировочной характеристики, можно готовить в одной колбе в соответствии с таблицей 4. При определении натрия и калия в качестве спектроскопического буфера используют раствор соли цезия. При приготовлении градуировочных растворов и раствора сравнения (Blank) в мерную колбу вместимостью 50 см^3 добавляют 5 см^3 раствора соли цезия (10.2.4) перед доведением объема до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %.

Срок хранения растворов – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С или 14 суток при комнатной температуре.

*10.2.7.4 Основной градуировочный раствор **лития** с массовой концентрацией 100 мг/дм^3*

5 см^3 стандартного раствора ***лития*** (СО) с массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 5% и перемешивают. Срок хранения раствора – 2 месяца при температуре (2 – 10) °С.

10.2.7.5 Рабочий градуировочный раствор лития с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

2,5 см^3 основного градуировочного раствора ***лития*** с массовой концентрацией 100 мг/дм^3 с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимо-

стью 25 см^3. Доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 5% и перемешивают. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.7.6 Рабочий градуировочный раствор лития (раствор А) с массовой концентрацией 1 мг/дм^3

2,5 см^3 рабочего градуировочного раствора *лития* с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 5%. Срок хранения рабочего градуировочного раствора лития (раствор А) составляет 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.7.7 Рабочий градуировочный раствор лития (раствор Б) с массовой концентрацией 0,1 мг/дм^3

2,5 см^3 раствора А с помощью пипетки помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, разбавляют до метки раствором азотной кислоты объемной доли 5 % и перемешивают. Срок хранения рабочего градуировочного раствора лития (раствор Б) составляет 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.7.8 Градуировочные растворы лития для построения градуировочной характеристики

Градуировочные растворы *лития*, используемые для установления градуировочной характеристики, готовят в соответствии с таблицей 5. При определении лития в качестве спектроскопического буфера используют раствор нитрата или хлорида цезия и нитрата алюминия (10.2.5). При приготовлении градуировочных растворов и раствора сравнения (Blank) в мерную колбу вместимостью 50 см^3 добавляют 0,5 см^3 спектроскопического буферного раствора перед доведением объема до метки раствором азотной кислоты объемной доли 5 %.

Срок хранения растворов – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С или 14 суток при комнатной температуре.

10.2.7.9 Основной градуировочный раствор стронция с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

1 см^3 стандартного раствора *стронция* (СО) с массовой концентрацией 1000 мг/дм^3 с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 % и перемешивают. Срок хранения основного раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.7.10 Рабочий градуировочный раствор стронция с массовой концентрацией 1 мг/дм^3

10 см^3 основного градуировочного раствора *стронция* с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %.

Срок хранения рабочего раствора стронция составляет 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.7.11 Градуировочные растворы стронция для построения градуировочной характеристики

Серию градуировочных растворов стронция, используемых для установления градуировочной характеристики, готовят в соответствии с таблицей 6. При определении стронция в качестве спектроскопического буфера используют раствор хлорида лантана (10.2.6). При приготовлении градуировочных растворов и раствора сравнения (Blank) в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ добавляют 0,5 $см^3$ спектроскопического буферного раствора перед доведением объема до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %.

Срок хранения растворов – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С или 14 суток при комнатной температуре.

Таблица 4 – Приготовление градуировочных растворов натрия и калия

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5
Вместимость мерной колбы, $см^3$	50	50	50	50	50
Объем основного раствора натрия (100 $мг/дм^3$), $см^3$	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0
Массовая концентрация натрия в градуировочном растворе, $мг/дм^3$	1,0	2,0	4,0	6,0	10,0
Объем основного раствора калия (100 $мг/дм^3$), $см^3$	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5
Массовая концентрация калия в градуировочном растворе, $мг/дм^3$	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0

Таблица 5 – Приготовление градуировочных растворов лития

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5	6
Вместимость мерной колбы, $см^3$	50	50	50	50	50	50
Объем рабочего раствора Б (0,1 $мг/дм^3$), $см^3$	1	2	4	5	–	–
Объем рабочего раствора А (1 $мг/дм^3$), $см^3$	–	–	–	–	1	2
Массовая концентрация лития в градуировочном растворе, $мг/дм^3$	0,002	0,004	0,008	0,010	0,020	0,040

Таблица 6 – Приготовление градуировочных растворов стронция

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5	6
Вместимость мерной колбы, $см^3$	50	50	50	50	50	50
Объем рабочего раствора (1 $мг/дм^3$), $см^3$	0,5	2,5	5,0	–	–	–
Объем основного раствора (10 $мг/дм^3$), $см^3$	–	–	–	2,5	5,0	10
Массовая концентрация стронция в градуировочном растворе, $мг/дм^3$	0,01	0,05	0,1	0,5	1,0	2,0

Примечание – Допускается готовить меньшие объемы растворов (п. 10.2.1–10.2.7) при пропорциональном уменьшении навесок или аликвот используемых реактивов и вместимости мерных колб.

10.3 Установление градуировочной характеристики

При необходимости перед началом анализа во избежание загиба градуировочного графика в области высоких массовых концентраций и с целью повышения точности определения поворачивают щелевую горелку вокруг вертикальной оси на определенный угол (величина угла подбирается экспериментально по виду градуировочной характеристики) или работают с круглой горелкой (см. инструкцию по эксплуатации прибора).

Распыляют градуировочный раствор определяемого элемента максимальной массовой концентрации в пламени горелки для оптимизации и настройки прибора на максимальную эмиссию при требуемой длине волны.

Затем распыляют градуировочные растворы в пламени горелки в порядке возрастания массовой концентрации определяемого металла и регистрируют интенсивность излучения.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость показаний прибора от массовой концентрации определяемого элемента ($мг/дм^3$), устанавливают автоматически в соответствии с программным обеспечением прибора по среднеарифметическому значению трех результатов измерений интенсивности излучения для каждого градуировочного раствора и раствора сравнения (Blank). Раствором сравнения является раствор азотной кислоты, используемый для приготовления градуировочных растворов и содержащий такое же количество соответствующего спектроскопического буфера, что и градуировочные растворы.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору для каждого определяемого элемента через каждые десять-пятнадцать проб. Если измеренная массовая концентрация градуировочного раствора отличается от заданной более чем на 10 %, то необхо-

димо выполнить повторный анализ этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубый промах. Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием того же или других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. Если и в этом случае обнаруживается отклонение результата от заданного значения, то градуировочную характеристику устанавливают заново.

11 ПОДГОТОВКА ПРОБ. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Подготовка проб к анализу

11.1.1 Природные и питьевые воды

При определении растворенных форм элементов незаконсервированную пробу воды фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. К 50 $см^3$ фильтрата добавляют 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Далее выполняют операции по п. 11.1.4.

При определении общего содержания элементов к 50 $см^3$ законсервированной пробы анализируемой воды добавляют 2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, нагревают на электроплитке с закрытой спиралью или песчаной бане, не допуская кипения пробы, в течение (20 – 30) минут. Раствор фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 5 мкм. При наличии опалесценции раствор фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Далее выполняют операции по п. 11.1.4.

Примечание – Допускается использовать вместо мембранных фильтров с диаметром пор 0,45 мкм и 5 мкм бумажные фильтры «синяя лента» и «белая лента» соответственно.

11.1.2 Сточные воды

При определении растворенных форм элементов незаконсервированную пробу воды фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. К 50 $см^3$ фильтрата добавляют 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Далее выполняют операции по п. 11.1.4. При определении кислотоэкстрагируемых форм элементов к 50 $см^3$ хорошо перемешанной пробы воды добавляют 2,5 $см^3$ азотной кислоты, нагревают на песчаной бане или электроплитке в течение 1 часа, охлаждают, фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм. в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводя до метки дистиллированной водой. Далее выполняют операции по п. 11.1.4.

При определении общего содержания элементов нефильтрованную хорошо перемешанную пробу воды подвергают кислотному озолению на электроплитке, песчаной бане или в микроволновой печи.

Примечание – При анализе сточных вод предпочтительно проводить минерализацию в микроволновой печи. Режимы минерализации выбираются из рекомендованных инструкцией по эксплуатации микроволновой печи или устанавливаются лабораторией экспериментально в зависимости от состава проб воды

При использовании электроплитки или песчаной бани к 50 $см^3$ анализируемой воды добавляют 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и нагревают, не допуская кипения пробы, до влажных солей. Если проба содержит значительное количество органических веществ, в процессе нагрева добавляют (1 – 3) $см^3$ перекиси водорода до получения прозрачного раствора. К полученному остатку добавляют дистиллированную воду приблизительно (20 – 30) $см^3$ и фильтруют полученный раствор через мембранный фильтр с диаметром пор 5,0 мкм в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Стакан обмывают дистиллированной водой и смывные воды фильтруют в эту же колбу. Доводя объем до метки. Далее выполняют операции по п. 11.1.4.

При использовании микроволновой печи к 50 $см^3$ пробы сточной воды в стакане, предназначенном для микроволновой печи, приливают 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, выдерживают (15 – 30) мин для дегазации. Подготовленные стаканы вставляют в турель микроволновой печи и проводят разложение.

По окончании разложения пробы воды охлаждают в закрытых стаканах для микроволновой печи приблизительно до комнатной температуры, затем открывают стаканы и при необходимости фильтруют полученные растворы через мембранный фильтр с диаметром пор 5,0 мкм. При наличии опалесценции раствор фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Далее выполняют операции по п. 11.1.4.

11.1.3 Подготовка вытяжек

Вытяжки готовят в соответствии с нормативными документами, регламентирующими подготовку продукции к испытаниям. Например, по МУК 4.1/4.3.2038 готовят водные вытяжки при оценке безопасности игрушек; для материалов, используемых в системах водоснабжения, водные вытяжки готовят по МУ 2.1.4.2898. Далее выполняют операции по п. 11.1.4.

Примечание – Независимо от способа подготовки проб параллельно с рабочими пробами анализируется холостая проба. Если в холостой пробе обнаруживается определяемый элемент, то полученный результат вычитают из результата анализа исследуемой пробы.

11.1.4 Добавление спектроскопических буферов

Перед выполнением измерений на спектрометре во все подготовленные по п.11.1.1-11.1.3 пробы добавляют растворы спектроскопических буферов. При определении натрия и калия используют раствор соли цезия (по п.10.2.4), при определении лития – раствор соли цезия и алюминия (по п. 10.2.5), при определении стронция – раствор хлорида лантана (по п. 10.2.6).

При определении *натрия и калия* к 50 $см^3$ подготовленной пробы добавляют 5 $см^3$ раствора соли цезия.

Примечание – Пробы воды при определении натрия и калия обычно предварительно разбавляют, например в 5 раз. Для этого 5 $см^3$ подготовленной пробы воды помещают в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, добавляют 2,5 $см^3$ раствора соли цезия и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Если величина измеряемой интенсивности излучения превышает диапазон построенного для каждого элемента градуировочного графика, то разбавление более высокой кратности проводят раствором азотной кислоты объемной доли 1 %.

При определении *лития* к 50 $см^3$ подготовленной пробы добавляют 0,5 $см^3$ раствора нитрата или хлорида цезия и нитрата алюминия.

Если величина измеряемой интенсивности излучения превышает диапазон градуировочного графика, пробу разбавляют раствором азотной кислоты объемной доли 5%.

При определении *стронция* к 50 $см^3$ подготовленной пробы добавляют 0,5 $см^3$ раствора хлорида лантана.

Если величина измеряемой интенсивности излучения превышает диапазон градуировочного графика, пробу разбавляют раствором азотной кислоты объемной доли 1%.

Для разбавления можно использовать программируемый разбавитель, например, типа Dilutor-401 (Gilson).

11.2 Выполнение измерений

Распыляют подготовленные по п. 11.1.4. пробы в пламени горелки. Интенсивность излучения для каждого элемента фиксируют по среднеарифметическому значению трех результатов измерений, полученному в соответствии с программным обеспечением прибора.

При анализе проб с высоким содержанием минеральных солей (например, морской воды) возникают существенные помехи в работе пламенного атомизатора из-за изменения эффективности распыления, осаждения солей внутри горелки, блокирования капилляра распылителя и щели горелки. При анализе таких проб рекомендуется их предварительно разбавлять, а также увеличивать время промывки системы ввода пробы и горелки между измерением образцов.

Примечание – Если в разбавленной пробе определяемый металл не обнаруживается, то предел определения увеличивают пропорционально кратности разбавления пробы.

Перед проведением серии анализов контролируются чистота посуды, качество используемых реактивов и фильтров путем предварительного анализа холостой пробы. Холостой пробой является дистиллированная вода, пропущенная через весь ход анализа.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При обработке результатов измерений содержания натрия, калия, лития и стронция в анализируемой воде следует учитывать разбавление пробы, в том числе при добавлении спектроскопического буферного раствора (см. п. 11.1.4).

Массовая концентрация определяемого i-го показателя в пробе рассчитывается по формуле

$$X = \frac{A_i \cdot V_1}{V}, \quad (1)$$

где

A_i – массовая концентрация определяемого i-го показателя в анализируемой пробе воды, найденная по градуировочной характеристике или рассчитанная с использованием градуировочных коэффициентов, мг/дм^3;

V_1 – объем пробы после разбавления, см^3;

V – объем пробы до разбавления, см^3.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений (X_i), как правило, в протоколах исследований представляют в виде:

$$X_i \pm \Delta_i, \text{ мг/дм}^3, P=0,95$$

где Δ_i – характеристика абсолютной погрешности определяемого i-го показателя, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta_i = 0,01 \cdot \delta_i \cdot X_i, \quad (2)$$

где δ_i – значение показателя точности i-го показателя, % (таблица 2).

Результаты измерений массовой концентрации округляют с точностью до:

от 0,001 до 0,01 мг/дм^3 включ.	— 0,0001 мг/дм^3;
св. 0,01 до 0,1 мг/дм^3 включ.	— 0,001 мг/дм^3;
св. 0,1 до 1 мг/дм^3 включ.	— 0,01 мг/дм^3;
св. 1 до 10 мг/дм^3 включ.	— 0,1 мг/дм^3;
св. 10 до 20000 мг/дм^3 включ.	— 1 мг/дм^3.

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X_{1i}, X_{2i}) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{1i} - X_{2i}|}{X_{1i} + X_{2i}} \le r_i \quad (3)$$

Значения пределов повторяемости (r_i) определяемого i-го показателя приведены в таблице 7.

При выполнении условия (3) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют их среднее арифметическое значение. При превышении предела повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1i}$, $X_{лаб2i}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соот-

ветствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми (согласующимися) при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{изм1i} - X_{изм2i}|}{X_{изм1i} + X_{изм2i}} \le R_i \qquad (4)$$

Значения пределов воспроизводимости (R_i) определяемого i-го показателя приведены в таблице 7.

При выполнении условия (4) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используют их среднее арифметическое значение. При превышении предела воспроизводимости используют методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 7 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, %
Калий		
от 1 до 10 включ.	22	28
св. 10 до 100 включ.	14	17
св. 100 до 5000 включ.	8	11
Литий		
от 0,001 до 0,01 включ.	42	50
св. 0,01 до 0,1 включ.	34	42
св. 0,1 до 10 включ.	22	28
Натрий		
от 1 до 10 включ.	20	24
св. 10 до 200 включ.	17	21
св. 200 до 20000 включ.	11	14
Стронций		
от 0,01 до 1 включ	39	42
св. 1 до 10 включ.	25	28
св 10 до 1000 включ.	20	21

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

15.1 В случае регулярного выполнения измерений по методике рекомендуется проводить контроль стабильности результатов измерений путем контроля среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности с по-

мощью контрольных карт в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

Образец для контроля готовят с использованием СО и дистиллированной воды или рабочей пробы воды, не содержащей определяемый показатель. Периодичность контроля, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

15.2 Оперативный контроль точности результатов измерений рекомендуется проводить с каждой серией проб, если анализ по методике выполняется эпизодически, а также при возникновении необходимости подтверждения результатов измерений отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений; результата, превышающего ПДК и т.п.).

15.2.1 Контроль точности результатов измерений с применением образцов для контроля

Образцами для контроля (ОК) являются растворы, приготовленные с использованием СО. Для приготовления ОК используют дистиллированную воду или рабочую пробу воды, не содержащую определяемый показатель.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры ($К_{кi}$) с нормативом контроля ($К_i$).

Результат контрольной процедуры $К_{кi}$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$К_{кi} = |X_i - C_i|, \quad (5)$$

где

X_i – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в образце для контроля, мг/дм^3;

C_i – заданное значение массовой концентрации определяемого i-го показателя в образце для контроля, мг/дм^3.

Норматив контроля $К_i$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$К_i = \Delta_{лi}, \quad (6)$$

где $\Delta_{лi}$ – характеристика абсолютной погрешности заданного значения массовой концентрации определяемого i-го показателя в образце для контроля, установленная в лаборатории при реализации методики, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_{лi}$ рассчитывать по формуле

$$\Delta_{лi} = 0{,}84 \cdot \Delta_i, \quad (7)$$

где Δ_i – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики измерений, рассчитанная по формуле (2) для заданного значения массовой концентрации определяемого i-го показателя в образце для контроля, мг/дм^3.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$К_{кi} \le К_i \quad (8)$$

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

15.2.2 Контроль точности результатов измерений с применением метода добавок

Образцами для контроля являются реальные пробы воды. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой и получают результат анализа исходной рабочей пробы X_{1i}, а во вторую часть делают добавку анализируемого компонента ($C_{дi}$) и анализируют в соответствии с методикой, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой X_{2i}. Результаты анализа исходной рабочей пробы X_{1i} и рабочей пробы с добавкой X_{2i} получают по возможности в одинаковых условиях, т.е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одних и тех же реактивов и т.д.

Результат контрольной процедуры $K_{кi}$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$K_{кi} = |X_{2i} - X_{1i} - C_{дi}|, \quad (9)$$

где

X_{1i} – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе, мг/дм^3;

X_{2i} – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе с добавкой, мг/дм^3;

C_i – заданная массовая концентрация добавки определяемого i-го показателя, мг/дм^3;

Норматив контроля K_i (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$K_i = \sqrt{(\Delta_{лх1i})^2 + (\Delta_{лх2i})^2}, \quad (10)$$

где

$\Delta_{лх1i}$ – значение характеристики погрешности массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе, мг/дм^3;

$\Delta_{лх2i}$ – значение характеристики погрешности массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе с добавкой, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_{лх1i}$ и $\Delta_{лх2i}$ рассчитывать по формуле

$$\Delta_{лхи} = 0{,}84 \cdot \Delta_{хи}, \quad (11)$$

где $\Delta_{хи}$ – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики измерений, рассчитанная по формуле (2) для значений массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе (в рабочей пробе с добавкой), мг/дм^3.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_{кi} \le K_i \quad (12)$$

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

15.2.3 Контроль точности результатов измерений с применением метода разбавления

Контроль качества результатов измерений методом разбавления осуществляют на образцах для контроля, которыми являются реальные пробы воды, проанализированные ранее и эти же пробы, разбавленные в η раз. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в соответствии с методикой и получают результат анализа исходной рабочей пробы X_{1i}, а вторую часть разбавляют в η раз и анализируют в соответствии с методикой, получая результат анализа разбавленной рабочей пробы X_{2i}. Результаты анализа исходной рабочей пробы X_{1i} и разбавленной рабочей пробы X_{2i} получают по возможности в одинаковых условиях, т.е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одних и тех же реактивов и т.д.

Результат контрольной процедуры K_{ki} рассчитывают по формуле:

$$K_{ki} = |\eta X_{2i} - X_{1i}|, \quad (13)$$

где

X_{1i} – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе, мг/дм^3;

X_{2i} – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в разбавленной рабочей пробе, мг/дм^3;

η – коэффициент разбавления рабочей пробы.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$K_{ki} \le K_{ni} \quad (14)$$

где

K_{ni} – норматив контроля погрешности, рассчитанный по формуле

$$K_{ni} = \sqrt{\eta^2 (\Delta_{лх2i})^2 + (\Delta_{лх1i})^2}, \quad (15)$$

где

$\Delta_{лх1i}$ – значение характеристики погрешности измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе, мг/дм^3;

$\Delta_{лх2i}$ – значение характеристики погрешности измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в разбавленной рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_{лхi1}$ и $\Delta_{лхi2}$ рассчитывать по формуле

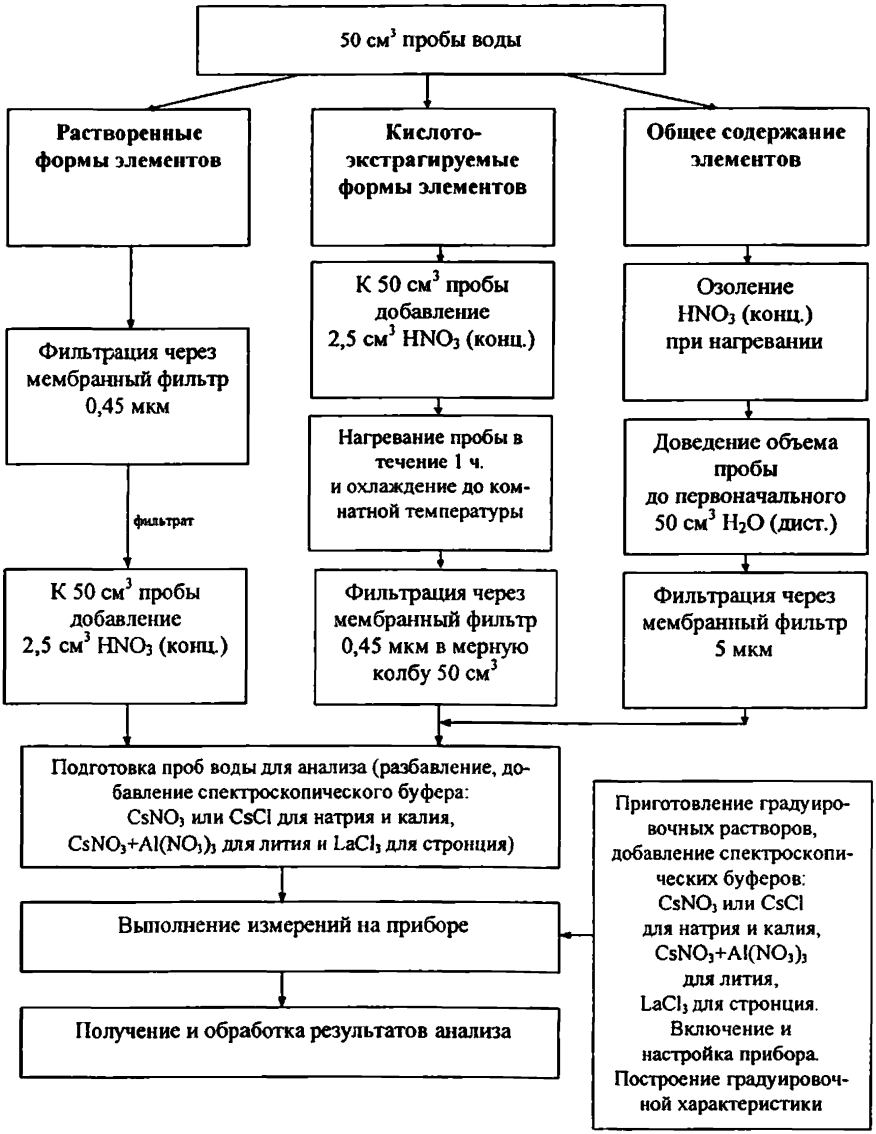
$$\Delta_{кхи} = 0{,}84 \cdot \Delta_{хи}, \qquad (16)$$

где $\Delta_{хиi}$ – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики измерений, рассчитанная по формуле (2) для значений массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе (в разбавленной рабочей пробе), мг/дм^3.

При превышении норматива контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива К выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 88-16207-047-RA.RU.310657-2017

Методика измерений массовых концентраций натрия, калия, лития, стронция в пробах питьевых, природных и сточных вод методом пламенно-эмиссионной спектрометрии,

разработанная ЗАО «РОСА» (119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, строение 35),

предназначенная для контроля состава питьевых, природных и сточных вод,

и регламентированная в документе ПНД Ф 14.1:2:4.138-98 (издание 2017г.) «Методика измерений массовых концентраций натрия, калия, лития, стронция в пробах питьевых, природных и сточных вод методом пламенно-эмиссионной спектрометрии», утвержденном в 2017 г., на 22 стр.

Методика измерений аттестована в соответствии с приказом Минпромторга России от 15.12.2015 г. № 4091 и ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований и метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства 26 сентября 2017 г.

Начальник АХУ УрО РАН Р.В. Зиновьев

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А.Игнатенкова

Россия, 620990, г. Екатеринбург, ул Первомайская, 91
Тел./факс (343) 362-33-97

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-047-RA.RU.310657-2017
об аттестации методики (метода) измерений
массовых концентраций натрия, калия, лития, стронция
в пробах питьевых, природных и сточных вод методом пламенно-эмиссионной спектрометрии
на 1 листе
(обязательное)

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений определяемой характеристики, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, %
Калий			
От 1 до 10 включ.	8	10	20
Св. 10 до 100 включ.	5	6	12
св. 100 до 5000 включ.	3	4	8
Литий			
От 0,001 до 0,01 включ.	15	18	36
Св. 0,01 до 0,1 включ.	12	15	30
Св. 0,1 до 10 включ.	8	10	20
Натрий			
От 1 до 10 включ.	7	8,5	17
Св. 10 до 200 включ.	6	7,5	15
Св. 200 до 20000 включ.	4	5	10
Стронций			
От 0,01 до 1 включ.	14	15	30
Св. 1 до 10 включ.	9	10	20
Св. 10 до 1000 включ.	7	7,5	15

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН _____ Л.А. Игнатенкова

СертиМет

gost.e-ecolog.ru