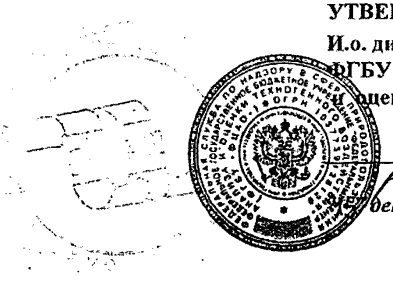
ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

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



А.Г.Кудрявцев

декабря 2017 г

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ МАГНИЯ, КАЛЬЦИЯ, СТРОНЦИЯ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 14.1:2:4.137-98

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 изделе «Методики анализа».

Заместитель директора ФГБУ «ФЦАО» А.Б. Сучков

Разработчик:

© ЗАО «РОСА», 1998

Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, 7, стр. 35
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.

Экземпляр предоставлен для одного пользователя:

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовых концентраций магния, кальция, стронция пламенным атомно-абсорбционным 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 элементов указаны в таблице 1.

Мешающее влияние со стороны сопутствующих элементов: алюминия, кремния, титана, цинка, серной кислоты, фосфорной кислоты в воздушно-ацетиленовом пламени устраняют введением в анализируемые пробы раствора хлорида лантана (спектроскопического буфера).

Таблица 1 – Перечень определяемых показателей и диапазоны измерений

Элемент	Диапазоны измерений массовых концентраций, мг/дм^3		
	Питьевая и природная вода	Сточная вода	Природная (морская) вода
Кальций	0,2 – 5000	1 – 5000	1 – 5000
Магний	0,04 – 5000	0,04 – 5000	1 – 5000
Стронций	0,1 – 1000	0,1 – 1000	1 – 1000

Блок-схема проведения 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 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие 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 6-05-1903-87 Мембраны "Владипор" типа МФА-МА.

ТУ 6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения РН 1-10 и 7-14. Технические условия.

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).

ТУ 2114-002-14555954-2004 Воздух сжатый.

ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия.

ТУ 2642-001-33813273-97 Стандарт-титры (Фиксаналы; Нормадозы).

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 погрешностью, не превышающей 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), $\pm\delta$, %
Питьевые и природные воды			
Кальций			
от 0,2 до 1,0 включ.	11	12,5	25
св. 1 до 100 включ.	6	7,5	15
св. 100 до 5000 включ.	4	5	10
Природные (морские) и сточные воды			
Кальций			
от 1 до 10 включ.	12	15	30
св. 10 до 20 включ.	9	11	22
св. 20 до 200 включ.	8	9	18
св. 200 до 5000 включ.	4	5	10
Питьевые, природные и сточные воды			
Магний			
от 0,04 до 0,1 включ.	12	15	30
св. 0,1 до 0,5 включ.	11	12,5	25
св. 0,5 до 5 включ.	8	10	20
св. 5 до 200 включ.	5	7	14
св. 200 до 5000 включ.	4	5	10

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, %
Стронций			
от 0,1 до 1 включ.	11	12,5	27
св. 1 до 20 включ.	6	7,5	15
св. 20 до 1000 включ.	4	5	10
Природные (морские) воды			
Магний			
от 1 до 5 включ.	8	10	20
св. 5 до 200 включ.	5	7	14
св. 200 до 5000 включ.	4	5	10
Стронций			
от 1 до 20 включ.	6	7,5	15
св. 20 до 1000 включ.	4	5	10

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами магния, кальция или стронция при прохождении света через атомный пар исследуемого образца, образующийся в пламени.

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 Спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором, например, Solaar S4 (производства фирмы Thermo).

5.1.3 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).

5.1.4 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 Микроволновая печь с закрытыми стаканами, например Mars 5 (или 6) фирмы CEM.

5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Емкости полиэтиленовые или стеклянные 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, 2 класс точности.

5.2.3 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

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

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

5.3 Реактивы и материалы

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

5.3.2 Воздух сжатый, например по ТУ 2114-002-14555954.

5.3.3 Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

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

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

5.3.8 Бумага универсальная индикаторная, позволяющая измерять значение pH в диапазоне от 1 до 12 ед. pH с шагом 1 ед. pH, например по ТУ 6-09-1181.

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

5.3.10 Фильтры бумажные «белая лента», «синяя лента» по ТУ 6-09-1678.

5.4 Стандартные образцы. Аттестованные растворы. Вещества гарантированной чистоты

Стандартные образцы (СО) состава водных растворов магния, кальция 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 атомно-абсорбционного 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 стекла или полимерного материала. 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 – 2 суток без принудительного охлаждения и консервации.

Если в указанный срок анализ не начат, то проба воды (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. Рекомендуемая длина волны для измерения кальция – 422,7 нм; для магния – 285,2 нм; для стронция – 460,7 нм.

Примечание – Условия определения элементов (длина волны, ширина щели, расход газов, скорость распыления раствора и др.) могут варьироваться в зависимости от модели спектрометра и версии используемого программного обеспечения.

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 добавляют 10,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.2 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 приливают к ней 8,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят объем до метки дистиллированной водой и 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, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2.3 Спектроскопический буферный раствор хлорида лантана

(250 ± 1) г хлористого лантана растворяют в стеклянном стакане в (500 – 600) $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Раствор фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки 0,1 моль/$дм^3$ раствором соляной кислоты. В закрытом стеклянном сосуде раствор устойчив в течение 3 месяцев при комнатной температуре.

10.2.4 Градуировочные растворы кальция

10.2.4.1 Основной градуировочный раствор кальция с массовой концентрацией 100 мг/$дм^3$

5 $см^3$ стандартного раствора кальция (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 раствора – 2 месяца при температуре (2 – 10) °С.

10.2.4.2 Рабочий градуировочный раствор кальция с массовой концентрацией 10 мг/$дм^3$

5 $см^3$ основного градуировочного раствора кальция 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 раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.4.3 Градуировочные растворы кальция для установления градуировочной характеристики

Градуировочные растворы кальция с массовыми концентрациями (0,2 – 20) мг/$дм^3$, используемые для установления градуировочной характеристики, готовят в соответствии с таблицей 3, добавляя в мерные колбы по 5 $см^3$ раствора хлорида лантана перед доведением объема до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %. Срок хранения растворов – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.5 Градуировочные растворы магния

10.2.5.1 Основной градуировочный раствор магния с массовой концентрацией 100 мг/$дм^3$

5 $см^3$ стандартного раствора магния (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 раствора – 2 месяца при температуре (2 – 10) °С.

10.2.5.2 Рабочий градуировочный раствор магния (раствор А) с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

10 см^3 основного градуировочного раствора магния с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 % и перемешивают. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.5.3 Рабочий градуировочный раствор магния (раствор Б) с массовой концентрацией 1 мг/дм^3

5 см^3 рабочего градуировочного раствора магния (раствор А) 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 раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.5.4 Градуировочные растворы магния для установления градуировочной характеристики

Градуировочные растворы магния с массовыми концентрациями (0,04 – 5,0) мг/дм^3, используемые для установления градуировочной характеристики, готовят в соответствии с таблицей 4, добавляя в мерные колбы по 5 см^3 раствора хлорида лантана перед доведением объема до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %. Срок хранения растворов – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

Примечание – Градуировочные растворы кальция и магния можно готовить в одной колбе в соответствии с таблицами 3 и 4, при этом в колбу на 50 см^3 вносят 5 см^3 раствора хлорида лантана (спектроскопического буфера).

10.2.6 Градуировочные растворы стронция

10.2.6.1 Основной градуировочный раствор стронция с массовой концентрацией 100 мг/дм^3

5 см^3 стандартного раствора стронция (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 раствора – 2 месяца при температуре (2 – 10) °С.

10.2.6.2 Рабочий градуировочный раствор стронция с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

5 см^3 основного градуировочного раствора стронция с помощью пипетки переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят объем раствора до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %. Срок хранения раствора – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

10.2.6.3 Градуировочные растворы стронция для установления градуировочной характеристики

Градуировочные растворы стронция с массовыми концентрациями (0,1 – 4,0) мг/дм^3, используемые для установления градуировочной характеристики, готовят в соответствии с таблицей 5, добавляя в мерные колбы по 0,5 см^3 раствора спектроскопического буфера перед доведением объема до метки раствором азотной кислоты объемной доли 1 %. Срок хранения растворов – 1 месяц при температуре (2 – 10) °С.

Примечание – Допускается готовить меньшие объемы растворов (п. 10.2.1–10.2.6) при пропорциональном уменьшении навесок или аликвот используемых реактивов и вместимости мерных колб.

10.3 Установление градуировочной характеристики

Распыляют градуировочные растворы в пламени горелки и регистрируют поглощение каждого элемента при требуемой длине волны.

Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют в порядке возрастания массовой концентрации определяемого элемента.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость показаний прибора от массовой концентрации определяемого элемента (мг/дм^3), устанавливают по среднеарифметическим результатам трех измерений для каждого градуировочного раствора и раствора сравнения (Blank). Обработку результатов измерений проводят согласно программному обеспечению прибора. Для установления градуировочной характеристики используют не менее 5 точек. Раствором сравнения является раствор азотной кислоты объемной доли 1 %, содержащий такое же количество раствора спектроскопического буфера, как и градуировочные растворы.

Примечание – Для установления градуировочной зависимости допускается использовать растворы элементов с массовыми концентрациями, отличными от приведенных в п. 10.2.4.3, 10.2.5.4, 10.2.6.3 в установленном диапазоне массовых концентраций.

Чтобы градуировочная характеристика имела линейный характер, например для магния, рекомендуется повернуть горелку вокруг вертикальной оси приблизительно на (30 – 45) градусов, уменьшая тем самым толщину слоя пламени, через который проходит оптический луч.

Примечание – Технические возможности метода (например, выбор другой длины волны, разворот горелки) позволяют устанавливать градуировочные характеристики в диапазонах более высоких массовых концентраций элементов, чем указано в п. 10.2.4.3, 10.2.5.4, 10.2.6.3. В этом случае соблюдение метрологических характеристик методики подтверждается процедурой контроля точности результатов измерений при внедрении методики (15.2).

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору каждого определяемого элемента через каждые десять проб. Если измеренная массовая концентрация этого градуировочного раствора отличается от заданной более чем на 8 %, то

необходимо выполнить повторное измерение для 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.

Таблица 3 – Приготовление шкалы градуировочных растворов кальция

Номер градуировочного раствора	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Вместимость мерной колбы, $см^3$	50	50	50	50	50	50
Объем основного градуировочного раствора кальция с массовой концентрацией 100 $мг/дм^3$, $см^3$	–	–	2,0	5,0	7,5	10
Объем рабочего градуировочного раствора кальция с массовой концентрацией 10 $мг/дм^3$, $см^3$	1,0	5,0	–	–	–	–
Массовая концентрация градуировочного раствора кальция, $мг/дм^3$	**0,20**	**1,0**	**4,0**	**10,0**	**15,0**	**20,0**

Таблица 4 – Приготовление шкалы градуировочных растворов магния

Номер градуировочного раствора	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
Вместимость мерной колбы, $см^3$	50	50	50	50	50	50
Объем рабочего градуировочного раствора магния (раствор А) с массовой концентрацией 10 $мг/дм^3$, $см^3$	–	–	5,0	10	20	25
Объем рабочего градуировочного раствора магния (раствор Б) с массовой концентрацией 1 $мг/дм^3$, $см^3$	2,0	5,0	–	–	–	–
Массовая концентрация градуировочного раствора магния, $мг/дм^3$	**0,04**	**0,10**	**1,0**	**2,0**	**4,0**	**5,0**

Таблица 5 – Приготовление шкалы градуировочных растворов стронция

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5
Вместимость мерной колбы, $см^3$	50	50	50	50	50
Объем рабочего градуировочного раствора стронция с массовой концентрацией, 10 $мг/дм^3$, $см^3$	0,5	2,5	5,0	10	20
Массовая концентрация градуировочного раствора строиция, $мг/дм^3$	**0,10**	**0,50**	**1,0**	**2,0**	**4,0**

11 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 кислото-экстрагируемых 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.

При использовании микроволновой печи к 50 $см^3$ тщательно гомогенизированной 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

Водные 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 спектроскопического буфера

Перед выполнением измерений на приборе при определении кальция и магния в центрифужные пробирки вместимостью 15 $см^3$ помещают 9 $см^3$ подготовленных одним из выше указанных способов пробы воды

(п. 11.1.1 – 11.1.3) и 1 $см^3$ раствора соли лантана или при определении стронция 10 $см^3$ пробы и 0,1 $см^3$ раствора соли лантана.

При необходимости подготовленные пробы анализируемой воды разбавляют таким образом, чтобы величина измеряемого сигнала абсорбции попадала в диапазон построенного для каждого элемента градуировочного графика. Например, при разбавлении пробы в 5 раз в центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$ вносят 2 $см^3$ пробы и 1 $см^3$ раствора хлорида лантана при определении кальция и магния или 0,1 $см^3$ раствора хлорида лантана при определении стронция, доводят объем до 10 $см^3$ дистиллированной водой. При разбавлении пробы более чем в 5 раз для доведения объема используют раствор азотной кислоты объемной доли 1 %.

Примечание – Для разбавления проб возможно использовать программируемый автоматический разбавитель, например типа Dilutor.

11.2 Выполнение измерений

Пробы анализируют на приборе в условиях, указанных в п. 10.1. Распыляют растворы в пламени горелки. Регистрируют сигнал поглощения каждого элемента при требуемой длине волны в трех повторностях. Обработку результатов измерений проводят с помощью программного обеспечения 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 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.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При обработке результатов измерений содержания кальция, магния и стронция в анализируемой пробе следует учитывать разбавление пробы, в том числе обусловленное добавлением спектроскопического буфера.

Массовая концентрация определяемого i-го показателя показателя (X_i, $г/дм^3$) в пробе рассчитывается по формуле

$$X_i = \frac{A_i \cdot V_1}{V}, \qquad (1)$$

A_i – массовая концентрация определяемого i-го показателя в анализируемой пробе воды, найденная по градуировочному графику, $мг/дм^3$;

V_1 – объем пробы после разбавления, $см^3$;

V – объем пробы до разбавления, $см^3$.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений, 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

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

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

Результаты измерений массовой концентрации округляют с точностью до:

при массовой концентрации элемента

от 0,1 до 1,0 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 100 мг/дм^3 включ.	– 1 мг/дм^3
св. 100 до 5000 мг/дм^3 включ.	– 10 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:

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

Значения пределов повторяемости (r_i) определяемого i-го показателя приведены в таблице 6.

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 ($X_{лаб1}$, $X_{лаб2}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми (согласующимися) при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1i} - X_{лаб2i}|}{X_{лаб1i} + X_{лаб2i}} \le R_i \qquad (4)$$

Значения пределов воспроизводимости (R_i) определяемого i-го показателя приведены в таблице 6.

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 6 – 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, %
Питьевые и природные воды		
Кальций		
от 0,2 до 1,0 включ.	31	35
св. 1 до 100 включ.	17	21
св. 100 до 5000 включ.	11	14
Природные (морские) и сточные воды		
Кальций		
от 1 до 10 включ.	34	42
св. 10 до 20 включ.	25	31
св. 20 до 200 включ.	22	25
св. 200 до 5000 включ.	11	14
Питьевые, природные и сточные воды		
Магний		
от 0,04 до 0,1 включ.	34	42
св. 0,1 до 0,5 включ.	31	35
св. 0,5 до 5 включ.	22	28
св. 5 до 200 включ.	14	20
св. 200 до 5000 включ.	11	14
Стронций		
от 0,1 до 1 включ.	31	35
св. 1 до 20 включ.	17	21
св. 20 до 1000 включ.	11	14
Природные (морские) воды		
Магний		
от. 1 до 5 включ.	22	28
св. 5 до 200 включ.	14	20
св. 200 до 5000 включ.	11	14
Стронций		
от 1 до 20 включ.	17	21
св. 20 до 1000 включ.	11	14

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

Образец для контроля готовят с использованием СО и дистиллированной воды или используют рабочую пробу, не содержащую 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 анализа отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений; результата, превышающего ПДК и т.п.).

Алгоритм контроля выбирается в зависимости от свойств объекта цели контроля.

15.2.1 Контроль точности с использованием 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 ($K_{кi}$) с нормативом контроля (K_i).

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

$$K_{кi} = |X_i - C_i|, \qquad (5)$$

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 K_i (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$K_i = \Delta_{лi}, \qquad (6)$$

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

$$\Delta_{\text{л}i} = 0{,}84 \cdot \Delta_i \ , \qquad (7)$$

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:

$$K_{\text{к}i} \le K_i . \qquad (8)$$

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

15.2.2 Контроль точности с использованием 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 ($C_{\text{д}i}$) 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 $K_{\text{к}i}$ (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$K_{\text{к}i} = \left| X_{2i} - X_{1i} - C_{\text{д}i} \right| , \qquad (9)$$

где

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

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

$C_{\text{д}i}$ – заданная массовая концентрация добавки определяемого i-го показателя, мг/дм^3;

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

$$K_i = \sqrt{(\Delta_{\text{лх}1i})^2 + (\Delta_{\text{лх}2i})^2} , \qquad (10)$$

где

$\Delta_{\text{лх}1i}$ – значение характеристики погрешности массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе, мг/дм^3;

$\Delta_{\text{лх}2i}$ – значение характеристики погрешности массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе с добавкой, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_{\text{лх}1}$ и $\Delta_{\text{лх}2}$ рассчитывать по формуле

$$\Delta_{\text{лхп}} = 0{,}84 \cdot \Delta_{\text{хп}} , \qquad (11)$$

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

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_{кi} \le K_i. \qquad (12)$$

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

15.2.3 Контроль точности с использованием 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 $K_{кi}$ рассчитывают по формуле:

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

где

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

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

η – коэффициент разбавления рабочей пробы.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$K_{кi} \le K_i \qquad (14)$$

где

K_i – норматив контроля погрешности, рассчитанный по формуле

$$K_i = \sqrt{\eta^2 (\Delta_{лХ2i})^2 + (\Delta_{лХ1i})^2}, \qquad (15)$$

где

$\Delta_{лХ1i}$ – значение характеристики погрешности измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе, мг/дм^3;

$\Delta_{ДХ2i}$ – значение характеристики погрешности измерения массовой концентрации определяемого i-го показателя в разбавленной рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допускается $\Delta_{ДХ1i}$ и $\Delta_{ДХ2i}$ рассчитывать по формуле

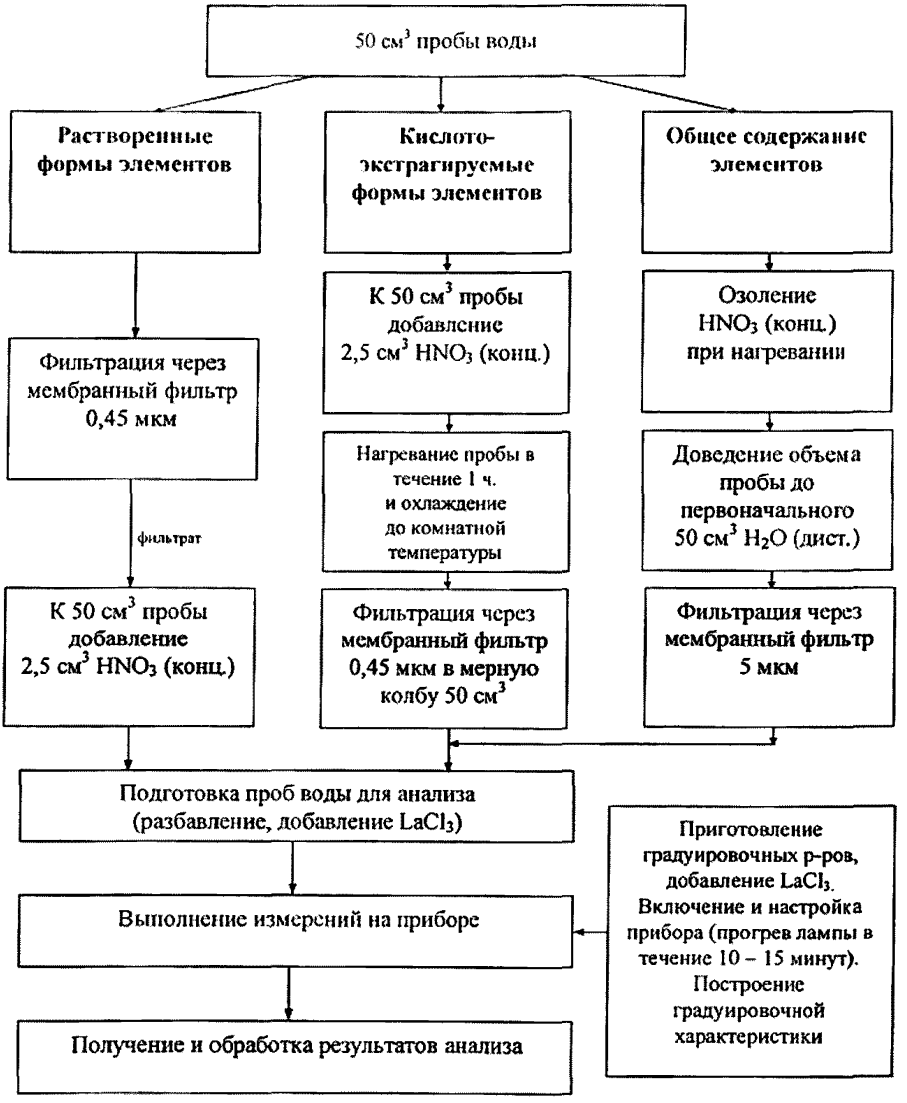
$$\Delta_{дхi} = 0{,}84 \cdot \Delta_{хпi}, \quad (16)$$

где $\Delta_{хпi}$ – приписанная характеристика абсолютной погрешности методики измерений, рассчитанная по формуле (2) для значений массовой концентрации определяемого i-го показателя в рабочей пробе и 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



ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-072-RA.RU.310657-2017
об аттестации методики (метода) измерений
массовых концентраций магния, кальция, стронция в пробах питьевых, природных и сточных вод пламенным атомно-абсорбционным методом
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), $\pm\delta$, %
Питьевые и природные воды			
Кальций			
От 0,2 до 1,0 включ.	11	12,5	25
Св. 1 до 100 включ.	6	7,5	15
Св. 100 до 5000 включ.	4	5	10
Природные (морские) и сточные воды			
Кальций			
От 1 до 10 включ.	12	15	30
Св. 10 до 20 включ.	9	11	22
Св. 20 до 200 включ.	8	9	18
Св. 200 до 5000 включ.	4	5	10
Питьевые, природные и сточные воды			
Магний			
От 0,04 до 0,1 включ.	12	15	30
Св.0,1 до 0,5 включ.	11	12,5	25
Св. 0,5 до 5 включ.	8	10	20
Св. 5 до 200 включ.	5	7	14
Св. 200 до 5000 включ.	4	5	10
Стронций			
От 0,1 до 1 включ.	11	12,5	27
Св. 1 до 20 включ.	6	7,5	15
Св. 20 до 1000 включ.	4	5	10
Природные (морские) воды			
Магний			
От 1 до 5 включ.	8	10	20
Св. 5 до 200 включ.	5	7	14
Св. 200 до 5000 включ.	4	5	10
Стронций			
От 1 до 20 включ.	6	7,5	15
Св. 20 до 1000 включ.	4	5	10

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

СертиМет

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

№ 88-16207-072-RA.RU.310657-2017

Методика измерений массовых концентраций магния, кальция, стронция в пробах питьевых, природных и сточных вод пламенным атомно-абсорбционным методом,

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 14.1:2:4.137-98 (издание 2017г.) «Методика измерений массовых концентраций магния, кальция, стронция в пробах питьевых, природных и сточных вод пламенным атомно-абсорбционным методом», утвержденном в 2017 г., на 21 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 21 ноября 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

gost.e-ecolog.ru