МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.10.774–2013

МАССОВАЯ ДОЛЯ РТУТИ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Москва
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н. Зубова» (ФГБУ «ГОИН»)

2 РАЗРАБОТЧИК И.С. Матвеева, канд.хим.наук

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА Росгидромета 23.09.2013, ФГБУ «НПО «Тайфун» 01.09.2013

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 25.09.2013

5 Аттестована ФГБУ «НПО «Тайфун». Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 18.07.774/01.00305–2011/2013 от 09.07.2013

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦМТР ФГБУ «НПО «Тайфун» за номером

РД 52.10.774–2013 от 10.10.2013

7 ВЗАМЕН МУ по определению загрязняющих веществ в морских донных отложениях № 43 в части раздела «Определение общей ртути» (с. 29–33).

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования к показателям точности измерений 2
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам 3
5 Метод измерений 4
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
7 Требования к квалификации оператора 6
8 Требования к условиям измерений 6
9 Требования к отбору и хранению проб 6
10 Подготовка к выполнению измерений 7
11 Установление градуировочной характеристики 9
12 Разложение (минерализация) проб 10
13 Порядок выполнения измерений 13
14 Проверка приемлемости результатов параллельных измерений 13
15 Вычисление результатов измерений 14
16 Оформление результатов измерений 15
17 Контроль качества результатов измерений 16
Приложение А (рекомендуемое) Форма рабочего журнала регистрации результатов измерений массовой доли ртути 18
Приложение Б (рекомендуемое) Форма рабочего журнала регистрации результатов оперативного контроля погрешности с использованием образцов для контроля 19
Библиография 20

Введение

Ртуть относится к числу наиболее опасных веществ, загрязняющих природную среду. Большая часть ртути из антропогенных источников поступает в морскую среду со сточными водами промышленных предприятий или через атмосферу. В водной среде ртуть быстро и практически полностью сорбируется на коллоидных и взвешенных частицах. Факторы, обуславливающие эффективность связывания ртути в донных отложениях, располагаются по значимости в следующем порядке: «содержание гумусовых веществ, размеры частиц, ионообменная способность катионов, площадь поверхности частиц» [1].

Разработка настоящего руководящего документа обусловлена необходимостью усовершенствования некоторых стадий пробоподготовки и выполнения измерений с целью повышения достоверности получаемой информации об уровнях загрязненности донных отложений ртутью.

В основу настоящей методики положен высокочувствительный метод непламенной атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме «холодного пара» [2].

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ ДОЛЯ РТУТИ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ
Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Дата введения – 2014-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений массовой доли ртути в пробах донных отложений (далее – проба) в диапазоне от 0,05 до 8 мг/кг методом атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме «холодного пара».

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, выполняющих измерения в области мониторинга загрязнения окружающей среды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ Р 12.1.019–2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021–75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ Р ИСО 5725–(1-6)–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений

РМГ 61–2010 ГСИ Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

РМГ 76–2004 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Примечания

1 При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

2 Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) документом.

3 Требования к показателям точности измерений

Показатели точности и ее составляющих установлены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725–(1-6) и РМГ 61.

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений погрешность измерений массовой доли ртути в диапазоне от 0,05 до 8 мг/кг с вероятностью 0,95 соответствует указанной в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли ртути X, мг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/кг	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/кг	Показатель точности (границы погрешности методики при вероятности P=0,95) ±Δ, мг/кг
От 0,05 до 8 включ.	0,09·X	0,13·X	0,26·X

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы:

– атомно–абсорбционный спектрометр, снабженный ртутной приставкой (например, Agilent AA–280Z с приставкой VGA–77) и спектральной лампой с полым катодом для определения ртути;

– государственный стандартный образец состава раствора ионов ртути с массовой концентрацией ионов ртути (II) 1,00 мг/см^3 ГСО 7343–96;

– весы лабораторные среднего класса точности, с пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228–2008;

– холодильник бытовой, обеспечивающий температурные режимы от минус 18°С до 4°С;

– сушильный электрический шкаф с температурой нагревания от 40 °С до 180 °С;

– аквадистиллятор ДЭ–4–2 по ТУ–16–10721–79;

– комбинированная мембранная установка серии ДВС–М/1НА(18)–N для получения деионизированной воды с удельным сопротивлением не более 18 МОм/см по ТУ 4859–001–46824383–97;

– баня комбинированная лабораторная БКЛ мощностью (600±30) Вт;

– колбы исполнения 2, вместимостью 25 см^3, 50 см^3, 100 см^3, 1000 см^3 2–го класса точности по ГОСТ 1770–74;

– одноканальные дозаторы переменного объема вместимостью от 0,1 до 1,0 см^3 с погрешностью дозирования не более 2 % фирмы Эппендорф;

– полипропиленовые наконечники к дозаторам Эппендорф вместимостью от 0,1 до 1,0 см^3;

– пробирки типа П4, номинальной вместимостью 10 см^3, с взаимозаменяемым конусом 14/23 по ГОСТ 25336–82;

– тефлоновые стаканы с крышкой Ф–4 вместимостью 50–100 см^3 по

ТУ 95–173–78;

– склянки и банки стеклянные с винтовым горлом, с прокладкой и крышкой или с притертой пробкой для хранения реактивов вместимостью 500 $см^3$, 1000 $см^3$ по ТУ 6–19–6–70;

– ступка № 4 с наибольшим наружным диаметром 110 мм и пестик по ГОСТ 9147–80;

– сито капроновое с пластмассовым корпусом с размером ячейки $(1 \pm 0{,}1)$ мм.

Примечание – Допускается использование других средств измерений и вспомогательного оборудования, обеспечивающих точность измерения, указанную в таблице 1.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы:

– кислота серная по ГОСТ 14262–78, о.с.ч. ;

– кислота азотная по ГОСТ 11125–84, о.с.ч ;

– кислота соляная по ГОСТ 14261–77, о.с.ч ;

– вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;

– вода деионизированная с удельным сопротивлением не более 18 МОм/см;

– калий двухромовокислый по ГОСТ 4220–75, х.ч ;

– олово двухлористое по ТУ 2623–032–00205067–2003, ч.д.а;

– аргон газообразный высокой чистоты по ТУ 6–21–12–94;

– азот газообразный высокой чистоты по ТУ 2114–009–45905715–2011.

Примечание – Допускается использование других реактивов, в том числе импортных, обеспечивающих точность измерения, указанную в таблице 1.

5 Метод измерений

Измерение массовой доли ртути в пробах выполняют методом атомно-абсорбционной спектрометрии в режиме «холодного пара». Метод основан на селективном поглощении выдуваемым аргоном в кварцевую

кювету атомарным паром ртути резонансного излучения, испускаемого спектральной лампой с полым катодом. Методика предусматривает следующие этапы:

- перевод ртути в раствор путем полного разложения (минерализации) проб смесью азотной и серной кислот;

- восстановление катионов ртути до атомарного состояния с помощью двухлористого олова;

- измерение массовой концентрации ртути в растворе проб методом атомной абсорбции в режиме «холодного пара» в указанном диапазоне;

- расчет массовой доли ртути в пробах.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой доли ртути следует соблюдать требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007 и правилами [3].

6.2 Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009.

6.3 Безопасность при работе с электроустановками должна обеспечиваться согласно ГОСТ Р 12.1.019.

6.4 Растворы и сливы, содержащие ртуть, категорически запрещается выливать в канализацию. Непригодные к использованию растворы и сливы ртути следует собрать в отдельные емкости, обезвредить, после чего подвергнуть захоронению в специально отведенном месте для токсических отходов или сдать на специализированное предприятие по переработке ртутьсодержащих отходов.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с профессиональным образованием, прошедшие соответствующую стажировку по эксплуатации атомно-абсорбционного спектрометра, со стажем работы в лаборатории не менее 6 мес.

8 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха .....(22±5) °С;
- атмосферное давление .....от 84,0 до106,7 кПа ;
- относительная влажность окружающего воздуха .....от 30 % до 80 %;
- напряжение в сети переменного тока .....(220±10) В;
- частота переменного тока .....(50±1) Гц.

9 Требования к отбору и хранению проб

Место отбора, период отбора, консервацию и хранение проб следует проводить в соответствии с ГОСТ 17.1.5.01. Не обрабатываемые сразу пробы хранят в широкогорлых стеклянных или тефлоновых емкостях с плотно закрывающейся крышкой в морозильной камере холодильника при температуре минус 20° С. Перед анализом пробу вымораживают или высушивают на воздухе, избегая попадания солнечных лучей, до воздушно- сухого состояния. Пробу тщательно перемешивают, отбирают навеску массой от 30 до 50 г, растирают ее в ступке и просеивают через сито.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Подготовка посуды для отбора, приготовления и хранения проб и рабочих растворов

Посуду для отбора и хранения проб и рабочих растворов следует готовить следующим образом:

- тщательно вымыть водопроводной водой с моющими средствами;
- промыть водопроводной водой;
- замочить на срок от 3 до 5 сут в разбавленной (1:10) азотной кислоте в пластиковом контейнере;
- тщательно вымыть дистиллированной водой;
- 3-4 раза ополоснуть деионизированной водой;
- просушить на воздухе;
- поместить в застегивающиеся полиэтиленовые пакеты (мерные колбы хранят заполненными деионизированной водой).

10.2 Приготовление растворов и реактивов

10.2.1 Раствор азотной кислоты (1:10)

Раствор готовят путем разбавления 100 $см^3$ концентрированной азотной кислоты до 1000 $см^3$ деионизированной водой.

10.2.2 Раствор калия двухромовокислого 10%-ный

Раствор готовят путем растворения 50 г калия двухромовокислого в деионизированной воде в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ с последующим доведением объема до метки. Раствор устойчив длительное время при условии хранения в склянке темного стекла.

10.2.3 Солянокислый раствор олова двухлористого 12 %-ный

Раствор готовят в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ путем полного растворения 30 г олова двухлористого в 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты с последующим постепенным доведением объема до метки деионизированной водой. Раствор хранят в хорошо закрытой колбе отдельно от других растворов реактивов не более 2 недель в холодильнике при температуре 4 °С. Для очистки раствора от примесей, содержащих ртуть, перед выполнением измерений его продувают азотом в течение 2 ч [2].

10.3 Приготовление градуировочных растворов

10.3.1 Промежуточный градуировочный раствор с массовой концентрацией ртути 1 мкг/$см^3$ (1000 мкг/$дм^3$) готовят следующим образом:

- в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, заполненную более чем наполовину деионизированной водой, вносят 100 $мм^3$ основного стандартного раствора ртути (ГСО);

- добавляют 4 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 2 $см^3$ раствора калия двухромовокислого, после чего доводят объем до метки деионизированной водой.

Раствор можно хранить в хорошо закрытой посуде в холодильнике при температуре 4 °С в течение 6 мес.

10.3.2 Для приготовления рабочих градуировочных растворов следует руководствоваться таблицей 2. Указанные в таблице 2 объемы промежуточных градуировочных растворов вносят в колбы вместимостью 50 $см^3$, заполненные наполовину деионизированной водой, добавляют 4 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 2 $см^3$ раствора калия двухромовокислого, после чего доводят объем до метки деионизированной водой. Допускается заменять

концентрированную серную кислоту удвоенным объемом концентрированной соляной кислоты. Рабочие градуировочные растворы готовят в день их использования.

10.3.3 В качестве нулевого раствора используют раствор компонентов, указанных в 10.3.2, без добавления раствора ртути.

Таблица 2

Массовая концентрация промежуточного градуировочного раствора, мкг/дм^3	Объем колбы, см^3	Объем аликвоты промежуточного градуировочного раствора, см^3	Массовая концентрация рабочих градуировочных растворов, мкг/дм^3
1000	50	0,25	5,0
1000	50	0,5	10,0
1000	50	1,0	20,0
1000	50	2,5	50,0
1000	50	5,0	100,0

10.4 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра

Включение, настройку спектрометра, установку приставки для определения ртути, юстировку лампы и кварцевой кюветы производят согласно руководству по эксплуатации. Условия измерений приведены в таблице 3.

11 Установление градуировочной характеристики

Установление градуировочной характеристики следует проводить перед каждой серией измерений массовой концентрации ртути в следующей последовательности:

- проводят измерение абсорбции холостого раствора;

- выбирают не менее 5 градуировочных растворов с таким расчетом, чтобы диапазон массовых концентраций ртути в них охватывал ожидаемый диапазон массовых концентраций в анализируемых пробах;

- градуировку спектрометра проводят, измеряя величины абсорбции градуировочных растворов в порядке возрастания массовых концентраций ртути в соответствии с таблицей 3;

- измерения абсорбции каждого градуировочного раствора следует проводить не менее двух раз и усреднять. Расхождение между измерениями не должно превышать 10 %, в противном случае установку градуировочной характеристики повторяют;

- градуировочный график строят в координатах: атомная абсорбция А – массовая концентрация ртути в растворе, мкг/дм^3.

12 Разложение (минерализация) проб

12.1 Навеску воздушно-сухой пробы массой от 0,5 до 1 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, переносят в тефлоновый стакан, добавляют 4 см^3 концентрированной азотной кислоты и 2 см^3 концентрированной серной кислоты из расчета на каждые 0,5 г пробы, закрывают крышкой и оставляют пробу при комнатной температуре на срок от 1 до
2 ч. Затем стакан с пробой помещают в водяную баню и выдерживают при температуре 90^o С в течение 3 ч.

После охлаждения до комнатной температуры раствор вместе с оставшимися твердыми частицами количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, куда предварительно необходимо внести от 10 до 20 см^3 деионизированной воды, добавляют 2 см^3 раствора калия двухромовокислого и доводят объем до метки деионизированной водой. После осаждения твердых частиц (через 10 ч или на следующий день) минерализованная проба готова к измерениям [2] .

12.2 Для подготовки холостой пробы в тефлоновый стакан вносят 4 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты, после чего проводят все стадии минерализации и разбавления (включая добавку раствора калия двухромовокислого), что и для анализируемой пробы.

Таблица 3

Наименование металла	Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Ток лампы, мА	Скорость подачи раствора олова двухлористого, $см^3$/мин	Скорость подачи раствора пробы, $см^3$/мин	Скорость подачи промывного раствора, $см^3$/мин	Массовая концентрация рабочего градуировочного раствора, мкг/$дм^3$				
							1-го	2-го	3-го	4-го	5-го
Ртуть	253,7	0,5	4	1	6,5	6,5	5,0	10,0	20,0	50,0	100,0
Примечание – В таблице приведены параметры выполнения анализа при использовании спектрометра Аджилент АА280Z с ртутной приставкой VGA-77.											

13 Порядок выполнения измерений

13.1 Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра.

13.2 Измерение аналитического сигнала в анализируемой пробе проводят не менее двух раз.

13.3 Показания спектрометра заносят в рабочий журнал, форма которого приведена в приложении А.

13.4 Если измеренная массовая концентрация превышает максимальную массовую концентрацию на установленной градуировочной характеристике, минерализованную пробу разбавляют деионизиированной водой и повторяют измерения.

13.5 Для контроля стабильности градуировочной характеристики через 5 – 7 рабочих проб измеряют абсорбцию градуировочного раствора со средней или максимальной массовой концентрацией ртути. Измерения проводят дважды и усредняют. Если полученный результат отличается от величины, полученной при градуировке, более чем на 10 %, проводят повторную градуировку.

14 Проверка приемлемости результатов параллельных измерений

14.1 Результатом измерений массовой доли ртути является среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений $\bar{X}$, мг/кг, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости *r*

Предел повторяемости r при измерении массовой концентрации ртути в диапазоне от 5 до 100 мкг/дм^3, соответствующем диапазону массовой

доли ртути в пробе от 0,05 до 8 мг/кг, не должен превышать значения, указанного в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон измерения массовой доли ртути X, мг/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) *r*, мг/кг	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях) *R*, мг/кг
От 0,05 до 8,0 включ.	0,25·X	0,36·X

14.2 Если расхождение превышает предел повторяемости, выполняют повторное измерение рабочих проб. При повторном расхождении результаты анализа бракуются, а в лаборатории выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют измерения в соответствии с требованиями настоящей методики измерений.

15 Вычисление результатов измерений

15.1 Если используемое средство измерений не предусматривает автоматического расчета массовой доли ртути в пробе по величинам навески и объема минерализованной пробы, то для расчета используют формулу

$$X = \frac{(\overline{C} - \overline{C}_x) \cdot P \cdot V}{m}, \quad (1)$$

где X – массовая доля ртути в пробе, мг/кг (мкг/г);

$\overline{C}$ – среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений массовой концентрации ртути в растворе рабочей пробы, мкг/дм^3;

$\overline{C}_x$ – среднее арифметическое двух результатов параллельных измерений массовой концентрации ртути в растворе процедурной холостой пробы;

P – коэффициент разбавления минерализованной пробы. P=1, если не проводилось дополнительного разбавления, кроме предусмотренного после минерализации;

V – объем раствора, полученный после минерализации пробы, дм^3;

m – навеска пробы, г

15.2 Последовательность проведения анализа и результаты вычислений заносят в журнал, форма которого представлена в приложении А.

16 Оформление результатов измерений

Результат измерений представляют в виде

$$X \pm \Delta, \qquad (2)$$

где X – массовая доля ртути в пробе, мг/кг,

$\pm \Delta$ - границы характеристики погрешности результатов измерений при P=0,95 (таблица 1), мг/кг.

Если массовая доля ртути ниже границы диапазона измерений, производят следующую запись: «Массовая доля ртути менее (указать значение нижней границы диапазона) мг/кг».

17 Контроль качества результатов измерений

17.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проверку приемлемости результатов параллельных измерений согласно разделу 14 и оперативный контроль процедуры измерения.

Оперативный контроль процедуры измерения проводят для каждой аналитической серии проб. Аналитическая серия включает в себя не более 20 рабочих проб, холостую пробу и образец для контроля (ОК). В качестве ОК используют референс-образцы с известной массовой долей ртути и аналогичной матрицей.

17.2 При выполнении контрольной процедуры получают результат контрольного измерения аттестованной характеристики образца для контроля X и сравнивают его с аттестованным значением А.

17.2.1 Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$K_k = X - A, \quad (3)$$

где X - массовая доля ртути в пробе, мг/кг;

А – аттестованное значение ОК, мг/кг

17.2.2 Норматив контроля К рассчитывают по формуле

$$К = \Delta \quad (4)$$

17.2.3 Проводят сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля. Если результаты контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$K_k \leq К, \quad (5)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (5) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

17.2.4 Результаты контроля погрешности с использованием ОК заносят в таблицу журнала, форма которого приведена в приложении Б.

17.3 Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики осуществляют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6) и РМГ 76. Периодичность контроля и контроль стабильности результатов измерений устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма рабочего журнала регистрации результатов измерений массовой доли ртути

Проект: …
Матрица: донные отложения
Дата проведения анализа…

Проба	Массовая доля ртути, мг/кг (мкг/г)			
	C_1	C_2	C_3	$C_{ср.}$
Хол.проба				
Образец для контроля				
Раб. проба №...				
Раб. проба №...				

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма рабочего журнала регистрации результатов контроля погрешности с использованием образцов для контроля

Проект: …
Матрица: донные отложения
Дата проведения анализа: …

Наименование образца для контроля	Определяемый металл	Аттестованное значение ртути в ОК, мг/кг	Результаты измерений, мг/кг	Результат контрольной процедуры $K_к$, мг,кг	Норматив контроля К, мг/кг
	Ртуть				

Библиография

[1] Петросян В. С. Загрязнение ртутью: причины и последствия. // «Экология и промышленность России», декабрь, 1999, 34 – 38.

[2] Standard operating procedures for trace metals determination, MESL, IAEA, Monaco, 1999.

[3] Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета. - Л.: Гидрометеоиздат, 1983 г.

Ключевые слова: донные отложения, массовая доля, ртуть, методика измерений, атомно-абсорбционная спектрометрия, режим холодного пара

Лист регистрации изменений

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

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)

Федеральное государственное бюджетное учреждение «Научно-производственное объединение «ТАЙФУН»
(ФГБУ «НПО «Тайфун»)

Россия, 249038, г. Обнинск Калужской обл., ул. Победы, 4
телефон.: (48439)71540, факс: (48439)40910, e-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации методики (метода) измерений

№ 18.07.774/01.00305–2011/2013

Массовая доля ртути в донных отложениях. Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии,
разработанная
федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный океанографический институт имени Н.Н.Зубова» (ФГБУ «ГОИН»), Кропоткинский пер., 6, г. Москва, 119034,
предназначенная для целей мониторинга загрязнения окружающей среды и регламентированная в
РД 52.10.774–2013 «Массовая доля ртути в донных отложениях. Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии» (24 с.),
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009 «Методики (методы) измерений».

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

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Дата выдачи: 09.07.2013

Врио генерального директора МП **В.С. Косых**

Приложение
к свидетельству об аттестации
методики (метода) измерений
№ 18.07.774/01.00305–2011/2013

Метрологические характеристики

Результаты аттестации РД 52.10.774–2013 «Массовая доля ртути в донных отложениях. Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии», соответствующие предъявляемым метрологическим требованиям, приведены в таблицах 1 и 2 (при принятой вероятности P= 0,95).

Таблица 1– Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений – повторяемости, воспроизводимости, точности

Наименование компонента	Диапазон измерений, мг/кг	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного определения, полученных по методике в условиях повторяемости) σ_r, мг/кг	Показатель воспроизводимости* (среднее квадратическое отклонение всех результатов измерений, полученных по методике в условиях воспроизводимости) σ_R, мг/кг	Показатель точности (границы, в которых погрешность результатов измерений, полученных по методике, находится с принятой вероятностью P=0,95) ± Δ, мг/кг
Ртуть	От 0,05 до 8,0 включ.	0,09·X	0,13·X	0,26·X
* Показатель воспроизводимости получен по результатам экспериментальных исследований в пяти лабораториях				

Таблица 2–Значения пределов повторяемости и воспроизводимости при принятой вероятности P=0,95

Наименование компонента	Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений r, мг/кг	Предел воспроизводимости для двух результатов измерений R, мг/кг
Ртуть	От 0,05 до 8,0 включ.	0,25·X	0,36·X

При реализации методики измерений в лаборатории обеспечивают:

– оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику измерений РД 52.10.774–2013.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Начальник ЦМТР **А.Ф. Ковалев**

МП

gost.e-ecolog.ru