ПРИРОДНАЯ И ПИТЬЕВАЯ ВОДА

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕЙ РТУТИ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ



gost.e-ecolog.ru

ИЗДАТЕЛЬСТВО «МАГАРИФ»

Научно-производственное объединение
«МЕТРОЛОГИЯ»

ПРИРОДНАЯ И ПИТЬЕВАЯ ВОДА

Методика определения массовой концентрации общей ртути методом атомной абсорбции

МИ 1936.01–2000

КАЗАНЬ
ИЗДАТЕЛЬСТВО «МАГАРИФ»
2000

УДК 389 + 543
ББК 30.10
Г 52

Глазова С. В. и др.

Г 52 Природная и питьевая вода. Методика определения массовой концентрации общей ртути методом атомной абсорбции/С. В. Глазова, В. В. Рыжов, В. В. Шипунов.— Казань: Магариф, 2000.— 23 с.

Б3 —6(65)—102—1999/2000

© С. В. Глазова, В. В. Рыжов,
В. В. Шипунов, 2000

Предисловие

1. Разработана Научно-производственным объединением «Метрология».

2. Разработчики: С. В. Глазова, В. В. Рыжов, В. В. Шипунов.

3. Аттестована Государственным метрологическим центром Госстандарта России — Всероссийским научно-исследовательским институтом расходометрии.
Свидетельство об аттестации № 5269 от 15 февраля 2000 г.

4. Утверждена и введена в действие приказом директора НПО «Метрология».

5. Вводится впервые.

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ распространяется на природную и питьевую воду и устанавливает беспламенный атомно-абсорбционный метод определения (в модификации «метод холодного пара») массовой концентрации общей ртути в диапазоне от 0,1 до 10,0 мкг/дм^3.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на окислении ртути при минерализации анализируемой пробы воды до двухвалентного состояния, восстановлении всех присутствующих форм ртути хлоридом олова до металлической, отгонке паров ртути в стеклянную кювету потоком воздуха, измерении оптической плотности атомных паров ртути на резонансной длине волны 253,7 нм и последующем расчете результатов определения массовой концентрации общей ртути.

3. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

Нормы погрешности определений массовой концентрации ртути в природной и питьевой воде (при доверительной вероятности $P = 0,95$), согласно ГОСТ 27384, не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

Нормы погрешности определений

Таблица 1

Диапазон определений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Нормы погрешности определений ртути в питьевой и природной воде, %
от 0,02 до 0,1 вкл.	± 50
свыше 0,1 до 1,0 вкл.	± 25
свыше 1,0 до 10,0 вкл.	± 15

4. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов определений массовой концентрации общей ртути в природной и питьевой воде с погрешностями определений, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

Приписанные характеристики погрешности определений

Таблица 2

Диапазон определяемых массовых концентраций ртути, мкг/дм^3	Абсолютная погрешность определений (Δ), мкг/дм^3 (P=0,95)
от 0,1 до 1,0	$\Delta = 0{,}14\,\overline{X} + 0{,}01$
от 1,0 до 10,0	$\Delta = 0{,}04\,\overline{X} + 0{,}1$

5. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Анализатор ртути типа «Юлия-2К» или типа «Юлия-5К».

Государственные стандартные образцы состава растворов ионов ртути с массовой концентрацией ртути 1,0 мг/см^3 ГСО 3497—86.

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

Установка для высокоэффективной очистки воды или бидистиллятор, ТУ 25-11.1592.

Пипетки градуированные вместимостью 4-2-1, 4-2-2, 7-2-5 по ГОСТ 29227.

Колбы наливные мерные вместимостью 1-25-2, 1-50-2, 1-250-2, 1-1000-2 или 2-25-2, 2-50-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Термометр ртутный стеклянный от 0^0 до 100^{0}С 2-го класса точности с ценой деления не более 2^{0}С по ГОСТ 28498.

Цилиндры мерные 2-100 по ГОСТ 1770.

Конические колбы вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы термостойкие В-1-150ТС по ГОСТ 25336.

Бутыли из стекла с притертыми или винтовыми пробками вместимостью (500—1000) см^3 для отбора и хранения проб.

Фильтры с порами 0,45 мкм.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Бумага индикаторная для контроля pH.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода бидистиллированная.

Кислота азотная, концентрированная, х. ч. по ГОСТ 4461 или о. с. ч. по ГОСТ 11125.

Кислота соляная, концентрированная, х. ч. по ГОСТ 3118 или о. с. ч. по ГОСТ 14261.

Калий двухромовокислый, х. ч. по ГОСТ 4220.

Олово двухлористое, двуводное, ч. д. а. по ГОСТ 36.

Марганцевокислый калий, ч. д. а. по ГОСТ 20490.

Примечание. Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, мерной посуды, метрологические характеристики которых не хуже вышеуказанных.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

К выполнению работ по приготовлению химических реактивов должны допускаться только лица, проинструктированные о мерах предосторожности при работе с конкретными вредными веществами и их соединениями, указанными в разделе 5. Необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами согласно ГОСТ 12.4.009.

Помещение, в котором проводятся анализы, должно иметь вытяжную вентиляцию, соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Необходимо следить, чтобы поток ультрафиолетового излучения лампы анализатора не попадал в глаза.

Электробезопасность при работе с электроустановками должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019.

7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению аналитических работ и обработке результатов определений допускаются лица, имеющие квалификацию инженера или химика с высшим образованием, знающие основы спектрального анализа и оптических измерений; имеющие опыт работы со спектрофотометрическими средствами измерений; изучившие техническое описание и руководство по эксплуатации анализатора.

8. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

При проведении аналитических работ в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

— температура окружающего воздуха, °С	от +10 до +35
— атмосферное давление, мм. рт. ст.	от 630 до 800
— относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80

Электропитание анализатора осуществляется от однофазной сети:

— частота переменного тока, Гц	50±1
— напряжение в сети, В	$220\ ^{+22}_{-33}$

9. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Пробы воды объемом не менее 300 $см^3$ отбирают, по ГОСТ 24481, в стеклянную посуду. В каждую отобранную пробу воды добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 1 $см^3$ на 300 $см^3$ воды, доводя pH проб воды до значения меньшего или равного 1.

Если пробы воды не могут быть проанализированы сразу (в течение 6 ч), то, кроме азотной кислоты, следует добавить 4 $см^3$ раствора двухромовокислого калия с концентрацией 40 $г/дм^3$ на 1 $дм^3$ пробы. Определение ртути в консервированных пробах проводят не позднее чем через 3 суток.

Если анализ растворимой и нерастворимой ртути проводят отдельно, то пробу воды после отбора фильтруют через фильтр с порами 0,45 мкм, затем добавляют концентрированную азотную кислоту до pH 1 и 4 $см^3$ раствора двухромовокислого калия с концентрацией 40 $г/дм^3$ на 1 $дм^3$ пробы.

10. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

10.1. Перед использованием стеклянную посуду тщательно моют раствором двухромовокислого калия, затем несколько раз ополаскивают дистиллированной водой.

10.2. Подготовку анализатора ртути проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

10.3. Приготовление растворов.

10.3.1. Все растворы готовятся при температуре (20±2) °С. После разбавления растворы тщательно перемешиваются и им дают постоять в течение (4—6) часов. Свежеприготовленные растворы неоднородны.

10.3.2. Раствор для разбавления градуировочных растворов готовят, отбирая 5 $см^3$ раствора двухромовокислого калия с массовой концентрацией 40 $г/дм^3$ пипеткой вместимостью 5 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты мерным цилиндром вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора — 3 месяца.

10.3.3. Раствор двухромовокислого калия концентрации 40 $г/дм^3$ готовят в следующей последовательности: взвешивают 10 г двухромовокислого калия и растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в емкости из коричневого стекла с притертой пробкой. Срок хранения раствора — 1 месяц.

10.3.4. Первый исходный раствор с массовой концентрацией ртути 100 $мкг/см^3$ готовят из раствора с концентрацией 1000 $мкг/см^3$ (ГСО 3497). Вскрывают одну ампулу, отбирают 5 $см^3$ раствора сухой пипеткой вместимостью 5 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки раствором для разбавления. Оставшийся в ампуле раствор ГСО хранению не подлежит. Приготовленный раствор хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой. Срок хранения раствора — 6 месяцев (в холодильнике).

10.3.5. Второй исходный раствор с массовой концентрацией ртути 1,0 $мкг/см^3$ готовят из первого исходного раствора (100 $мкг/см^3$), отбирая 0,5 $см^3$ пипеткой вместимостью 1,0 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки раствором для разбавления. Срок хранения раствора — 6 месяцев.

10.3.6. Третий исходный раствор с массовой концентрацией ртути 0,1 $мкг/см^3$ готовят из второго исходного раствора

(1,0 мкг/см^3), отбирая 5 см^3 раствора пипеткой вместимостью 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления. Срок хранения раствора — 6 месяцев.

10.3.7. Первый градуировочный раствор с массовой концентрацией ртути 0,005 мкг/см^3 готовят из третьего исходного раствора (0,1 мкг/см^3), отбирая 2,5 см^3 пипеткой вместимостью 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления. Раствор готовится в день использования.

10.3.8. Второй градуировочный раствор с массовой концентрацией ртути 0,0005 мкг/см^3 (0,5 мкг/дм^3) готовят из первого градуировочного раствора (0,005 мкг/см^3), отбирая 5 см^3 пипеткой вместимостью 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления. Раствор готовится в день использования.

10.3.9. Для приготовления раствора хлорида олова взвешивают 1,5 г соли, растворяют в (3—5) см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 25 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной соляной кислоты пипеткой вместимостью 5 см^3 и затем доводят дистиллированной водой до метки. Продувают потоком воздуха от микрокомпрессора через насадку с пористым стеклом (10—15) мин до нулевого значения. Если после длительной продувки на табло не выставляется нулевое значение, что свидетельствует о загрязнении реактива ртутью, его необходимо заменить. Срок хранения раствора — 1 неделя.

Примечание. Если раствор хлорида олова не обесцвечивается, то его нагревают до температуры 60 °С до обесцвечивания; если раствор не обесцветился и после этого, хлорид олова необходимо заменить.

10.3.10. Раствор перманганата калия готовят путем взвешивания и последующего растворения 5 г соли в 95 см^3 дистиллированной воды с добавлением 0,5 см^3 концентрированной соляной кислоты пипеткой вместимостью 1 см^3. Раствор необходимо хранить в темной склянке в холодильнике не более года. В пробирке раствор необходимо менять через (3—4) дня работы. Образование бурого налета оксида марганца свидетельствует о непригодности раствора.

10.3.11. Приготовление силикагеля, подкрашенного хлоридом кобальта или азотнокислым кобальтом. В насыщенный раствор соли кобальта помещают силикагель, предварительно слегка измельченный, выдерживают (3—4) часа до появления

розовой окраски. Затем прокаливают 3 часа при температуре 105 °С и еще 1 час при 115 °С. Остывший силикагель помещают в эксикатор и используют по мере необходимости в качестве осушителя потока воздуха от водяных паров.

10.4. Проведение минерализации.

В две конические колбы вместимостью 250 $см^3$ помещают по 100 $см^3$ анализируемой пробы воды. Затем вносят пипеткой вместимостью 5 $см^3$ по 5 $см^3$ азотной кислоты, по 3 $см^3$ соляной кислоты и по 1 $см^3$ бихромата калия. Кипятят 5 минут, следя за тем, чтобы сохранялась желтая окраска раствора, свидетельствующая об избытке бихромата калия. При исчезновении окраски добавляют еще 0,5 $см^3$ раствора бихромата калия. Приготовленные таким образом пробы переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором двухромовокислого калия. Одновременно готовят контрольную пробу. Для этого параллельно с пробами воды аналогичной обработке подвергают также 100 $см^3$ дистиллированной воды.

10.5. Градуировка анализатора.

10.5.1. Градуировку анализатора ртути проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации. Поскольку градуировочный график является линейным в каждом из поддиапазонов (от 0,1 до 1,0 мкг/$дм^3$ и от 1,0 до 10 мкг/$дм^3$) и он заложен в память микроЭВМ анализатора ртути, градуировка производится по одной концентрации ртути.

10.5.2. Подготовить градуировочный раствор известной концентрации. Рекомендуется градуировать анализатор по раствору с массовой концентрацией ртути 0,5 мкг/$дм^3$. При работе с большими концентрациями происходит накопление ртути в измерительном тракте, что приводит к необходимости его дополнительной очистки.

10.5.3. Налить 2 $см^3$ градуировочного раствора в пробирку, используя пипетку вместимостью 2 $см^3$, прилить 0,3 $см^3$ раствора двухлористого олова, используя пипетку вместимостью 1 $см^3$, вставить в нее барботер, плотно закрыть пробирку. Включить микрокомпрессор анализатора. После того как цифры перестанут возрастать и достигнут максимального значения, ручкой «калибровка» выставить на табло значение введенной концентрации, поместить барботер из пробирки с пробой в пустую пробирку.

10.5.4. Дождаться автоматического отключения компрессора. Повторить измерения и убедиться, что цифра на табло совпадает со значением введенной массовой концентрации ртути в пределах (0,50±0,05) мкг/$дм^3$.

10.5.5. После каждого измерения пробирку с пробой тщательно сполоснуть и просушить.

11. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЙ И ОБРАБОТКА ИХ РЕЗУЛЬТАТОВ

11.1. Проверка на неселективное поглощение.

Отобрать 2 $см^3$ пробы в пробирку пипеткой вместимостью 2 $см^3$, вставить в пробирку барботер, включить микрокомпрессор анализатора и проверить наличие в пробе летучих органических веществ, поглощающих излучение с длиной волны, близкой к длине волны ртути (о наличии таких веществ судят по изменению показаний цифрового табло). Пробу необходимо продуть до установления на цифровом табло нулевого значения. Если после длительного продува на табло не устанавливается нулевое значение, считать полученное значение холостой пробой и вычесть его из значения массовой концентрации ртути в пробе.

11.2. Добавить к анализируемой пробе 0,3 $см^3$ раствора двухлористого олова пипеткой вместимостью 1 $см^3$ и определить значение массовой концентрации ртути в пробе.

11.3. Провести два параллельных определения массовой концентрации ртути в пробе X_1 и X_2. Результат определения массовой концентрации ртути рассчитывают по формуле:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}.$$

За результат определения массовой концентрации ртути X принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений X_1 и X_2, если расхождение между ними не превышает значение норматива сходимости d, приведенного в таблице 3.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

Результаты определений $\overline{X}$ массовой концентрации ртути в пробах природной и питьевой воды представляются в документах, предусматривающих их использование, в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3.$$

Значения абсолютной погрешности определений Δ представлены в таблице 2.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

13.1. Контроль качества результатов определений массовой концентрации ртути в пробах природной и питьевой воды проводится в соответствии с МИ 2335 по следующим показателям качества: сходимости, воспроизводимости и точности результатов определений.

13.2. Оперативный контроль сходимости результатов параллельных определений.

Образцами для контроля являются реальные пробы природной и питьевой воды, отобранные в традиционных точках контроля состава вод. Отобранный для определений объем пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики в одинаковых условиях, получая два результата параллельных определений для каждой пробы, которые не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами параллельных определений (норматива оперативного контроля сходимости d):

$$| X_1 - X_2 | \leq d.$$

X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации ртути для реальной пробы;

d — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений одной и той же пробы.

Если выполняется вышеуказанное соотношение, то сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной и по ним вычисляется результат определения для отобранной пробы воды $\overline{X}$:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}.$$

При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива d выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их. Значения норматива оперативного контроля сходимости (d) приведены в таблице 3. Выбор значения d проводят по значениям

$$\overline{X} = (\overline{X_1} + \overline{X_2})/2.$$

13.3. Оперативный контроль воспроизводимости результатов определений.

Образцами для контроля являются реальные пробы питьевых и природных вод, отобранные в традиционных точках контроля состава вод. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата определения в разных лабораториях или в одной, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов, в разное время. Два результата определений не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами определений, полученных в указанных условиях (норматива оперативного контроля воспроизводимости D):

$$| \overline{X_1} - \overline{X_2} | \leq D,$$

D — допускаемые расхождения между результатами определений $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ одной и той же пробы.

Если выполняется вышеуказанное соотношение, то воспроизводимость результатов определений, выполненных в указанных максимально варьируемых условиях, признают удовлетворительной.

Допускаемые расхождения между результатами двух определений (D) приведены в таблице 3. Выбор значения D проводят по значениям:

$$\overline{X} = (\overline{X_1} + \overline{X_2})/2.$$

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

13.4. Оперативный контроль точности результатов определений.

Образцами для оперативного контроля точности результатов определений являются растворы, аттестованные по процедуре приготовления и адекватные анализируемым пробам. Образцы для контроля анализируют в точном соответствии с прописью методики. Полученный результат определения массовой концентрации ртути в исследуемой пробе не должен отличаться от массовой концентрации ртути в образце для контроля X_0 на величину норматива оперативного контроля К, т. е.

$$| X_0 - \overline{X} | \leq K.$$

Значения К приведены в таблице 3.

Если выполняется вышеуказанное соотношение, то точность результатов определений признают удовлетворительной.

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

Нормативы оперативного контроля показателей качества результатов определений (сходимости, воспроизводимости, точности)

Таблица 3

Диапазон определяемых массовых концентраций ртути, мкг/дм^3	Норматив оперативного контроля точности К, мкг/дм^3 (P=0,95)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости D,мкг/дм^3 (P=0,95; m=2)	Норматив оперативного контроля сходимости d,мкг/дм^3 (P=0,95; n=2)
1	2	3	4
От 0,1 до 1,0	$0{,}18\overline{X} + 0{,}01$	$0{,}2\overline{X} + 0{,}02$	$0{,}1\overline{X} + 0{,}02$
От 1,0 до 10,0	$0{,}1\overline{X} + 0{,}05$	$0{,}05\overline{X} + 0{,}08$	$0{,}04\overline{X} + 0{,}1$

14. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

1. ГОСТ 27384—87. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.
2. ГОСТ 24104—88. Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.
3. ГОСТ 29227—91. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.
4. ГОСТ 28498—90. Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические условия. Методы испытаний.
5. ГОСТ 1770—74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.
6. ГОСТ 25336—82. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
7. ГОСТ 14919—83. Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

8. ГОСТ 6709—72. Вода дистиллированная. Технические условия.
9. ГОСТ 4461—77. Кислота азотная. Технические условия.
10. ГОСТ 11125—84. Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.
11. ГОСТ 3118—77. Кислота соляная. Технические условия.
12. ГОСТ 14261—77. Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.
13. ГОСТ 4220—76. Калий двухромовокислый. Технические условия.
14. ГОСТ 36—68. Олово двухлористое 2-водное. Технические условия.
15. ГОСТ 20490—75. Калий марганцевокислый. Технические условия.
16. ГОСТ 12.4.009—83. ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды размещения и обслуживания.
17. ГОСТ 12.1.004—94. ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
18. ГОСТ 12.1.005—88. ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
19. ГОСТ 12.1.019—79. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
20. ГОСТ 24481—80. Вода питьевая. Отбор проб.
21. МИ 2335—95. Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
22. ГОСТ 8.556—91. ГСИ. Методики определения состава и свойств проб вод. Общие требования к разработке.
23. ГОСТ 16263—70. ГСИ. *Метрология. Термины и определения.*
24. РД 50-674—88. Методические указания. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Общие положения.
25. ГОСТ Р 51232—98. Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля.
26. ГОСТ Р 8.563—96. ГСИ. Методики выполнения измерений.
27. МИ 2336—95. Рекомендация. ГСИ. Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания.
28. ГОСТ 17.1.1.01—77. Охрана природы. Гидросфера. Использование и охрана вод. Основные термины и определения.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Термины, применяемые в настоящей методике, их определения и пояснения

№№ п/п	Термин	Определение	Ссылка
1	2	3	4
1	Определение	Нахождение **содержания** компонента пробы воды или характеристик состава или свойств проб, найденное путем **анализа** или **измерений**. Пояснение. Термин «определение» является обобщенным термином для терминов «измерение» и «количественный химический анализ».	22
1.1.	Измерение	Нахождение значения физической величины опытным путем с помощью специальных технических средств.	23
1.2.	Количественный химический анализ (КХА)	Экспериментальное определение **содержания** (массовой или объемной доли, молярной концентрации и т. д.) одного или нескольких компонентов вещества в пробе физическими, физико-химическими, химическими и другими методами.	24

1	2	3	4
2.	Результат определения	Значение содержания компонента пробы воды или характеристик состава и свойств проб, найденное путем **анализа** или **измерений.** Пояснение. Результат определения $\overline{X}$ — это среднее арифметическое **параллельных определений** X_i: $$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n},$$ где n — число параллельных определений.	22
2.1.	Параллельное определение	Значение содержания компонента пробы воды или характеристик состава и свойств проб, найденное путем однократного анализа или измерения.	25
3.	Методика определения	Совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов определений с известной погрешностью.	26
4.	Метод определения	Совокупность приемов использования принципов и средств измерений. Совокупность физических принципов и закономерностей, положенных в основу измерительной процедуры. Пояснение. Метод определения, в отличие от методики определения, не имеет метрологических характеристик.	23

1	2	3	4
5.	Качество результатов определений	Состояние работ по определению содержания компонента пробы вод, удовлетворяющее установленным нормативным требованиям: **нормам погрешности определений, приписанным характеристикам погрешности определений, нормативам контроля показателей качества результатов определений.**	
6.	Нормы погрешности результатов определений (нормы погрешности определений)	Характеристики погрешности результатов определений, задаваемых в качестве допускаемых в соответствии с требуемой точностью.	27
7.	Приписанные погрешности результатов определений (приписанные погрешности определений)	Характеристики погрешности результатов определений, приписываемые результатам, получаемым по аттестованной (стандартизованной) методике, характеризующие гарантируемую точность методики. Пояснение. Одним из основных требований к методике определений является то, что приписанные погрешности результатов определений должны быть не более норм погрешности результатов определений.	27

1	2	3	4
8.	Показатели качества результатов определений (сходимость, воспроизводимость, правильность, точность результатов определений)	Характеристики качества определений, отражающие: — близость друг к другу значений результатов параллельных определений в одной и той же пробе в одинаковых условиях и практически одновременно (сходимость результатов параллельных определений); — близость друг к другу значений результатов определений одной и той же физической величины в одной и той же пробе, по одной и той же методике, но в разных условиях: разное время, разные операторы, реактивы или экземпляры средств измерения (воспроизводимость результатов определений); — близость к нулю значений систематической составляющей погрешности (правильность результатов определений); — близость значений результатов определений к истинным значениям определяемых физических величин (точность результатов определений). Пояснение. В качестве количественных характеристик, показателей качества результатов определений применяются: **для показателя точности** — характеристики погрешности определений; **для показателя воспроизводимости и сходимости** — характеристики случайной составляющей погрешности определений; **для показателя правильности** — характеристики систематической составляющей погрешности определений.	27

1	2	3	4
9.	Контроль показателей качества результатов определений (контроль качества результатов определений)	Проверка соответствия показателя качества результатов определений установленным нормам и требованиям. Пояснение. Контроль качества результатов определений состоит из двух этапов: нахождение результата определения с последующим сопоставлением его с установленными нормами и нормативами (нормативами показателей качества результатов определений).	

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр — Всероссийский научно-исследовательский институт расходометрии

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 5269

об аттестации МВИ

Методика определения массовой концентрации общей ртути в питьевой и природной воде методом атомной абсорбции, МИ 1936.01—2000, разработанная НПО «Метрология», основные метрологические требования к которой регламентированы ГОСТ Р 51232—98, ГОСТ 27384—87, СанПиН 2.1.4.559—96, аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563—96.

Аттестация методики осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

В результате аттестации МВИ установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и имеет следующие основные метрологические характеристики и нормативы оперативного контроля показателей качества результатов определений (см. приложение).

Заместитель директора
по научной работе М. С. Немиров

15 февраля 2000 г.

Приложение
к Свидетельству № 5269 об аттестации МВИ

Диапазон определений массовой концентрации общей ртути, мкг/дм³	Погрешность определений, Δ, мкг/дм³ (P=0,95)	Нормативы оперативного контроля		
		сходимости, d, мкг/дм³ (P=0,95)	воспроизводимости, D, мкг/дм³ (P=0,95)	точности, К, мкг/дм³ (P=0,95)
от 0,1 до 1,0	$0,14\overline{X} + 0,01$	$0,1\overline{X} + 0,02$	$0,2\overline{X} + 0,02$	$0,18\overline{X} + 0,01$
от 1,0 до 10,0	$0,04\overline{X} + 0,10$	$0,04\overline{X} + 0,10$	$0,05\overline{X} + 0,08$	$0,1\overline{X} + 0,05$

СОДЕРЖАНИЕ

1. Область применения 4
2. Принцип метода 4
3. Нормы погрешности определений 4
4. Приписанные характеристики погрешности определений 5
5. Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 5
6. Требования безопасности 6
7. Требования к квалификации оператора 7
8. Условия выполнения определений 7
9. Отбор и хранение проб воды 7
10. Подготовка к выполнению определений 8
11. Проведение определений и обработка их результатов 11
12. Оформление результатов определений 11
13. Контроль качества результатов определений 12
14. Нормативные ссылки 14

Приложение. Термины, применяемые в настоящей методике, их определения и пояснения 16

Свидетельство № 5269 об аттестации МВИ 21

Приложение к Свидетельству № 5269 об аттестации МВИ ... 22

Нормативное
производственно-практическое издание

Глазова Светлана Вадимовна
Рыжов Виктор Васильевич
Шипунов Вячеслав Витальевич

ПРИРОДНАЯ И ПИТЬЕВАЯ ВОДА

Методика определения массовой концентрации общей ртути методом атомной абсорбции

Зав. редакцией *Р. С. Вафина*
Редактор *А. Г. Аксенова*
Художественный редактор *Л. С. Золондинова*
Художник *Р. А. Сайфуллина*
Техническое редактирование
и компьютерная верстка *Л. М. Тилк*
Корректор *Ф. Х. Макарова*

Изд. лицензия № 183 от 07.04.97.
Подписано в печать с оригинала-макета 05.04.2000.
Формат $60\times84^{1}/_{16}$. Бумага офсетная № 1.
Гарнитура «Школьная». Печать офсетная.
Усл.-печ. л. 1,39. Уч.-изд. л. 0,81 .
Тираж 500 экз. Заказ Р-7.

Издательство «Магариф». 420503. Казань, ул. Баумана, 19.
Тел./факс (8432) 92-57-48.

УП «Полиграфическо-издательский комбинат».
420503. Казань, ул. Баумана, 19.

gost.e-ecolog.ru