ЦЕНТР ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ ВОДЫ



УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер
Центра исследования
и контроля воды
_____Г.Ф. Глущенкова
_____11_____2005 г.

МЕТОДИКА
выполнения измерений массовой концентрации ртути в водах
методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии
(метод "холодного пара")

ЦВ 3.21.12-00 "А"

ФР.1.31.2002.00467

Санкт-Петербург
2005 г.

gost.e-ecolog.ru

1 Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации ртути в пробах питьевой, природной, сточных вод и атмосферных осадков методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии (метод" холодного пара").

Диапазон измерений массовой концентрации ртути в пробах питьевой, природной воды и атмосферных осадков: от 0,01 мкг/дм^3 до 1,0 мкг/дм^3.

Диапазон измерений массовой концентрации ртути в пробах сточных вод: от 0,01 мкг/дм^3 до 10 мкг/дм^3.

Если массовая концентрация ртути в пробе воды выше верхней границы диапазона измерений, то анализируемую пробу разбавляют, но не более, чем в 100 раз.

2 Характеристики погрешности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает с вероятностью P = 0,95 получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Обьект измерений	Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95) $\pm \Delta$, мкг/дм^3
Питьевая, природная вода и атмосферные осадки	от 0,01 до 1,0	$0,2 \cdot C + 0,005$
Сточные воды	от 0,01 до 10	$0,4 \cdot C + 0,003$

Примечание - Нормирование характеристики погрешности проведено с учетом возможного разбавления проб.

3 Принцип метода измерений

Измерения выполняют методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Метод основан на окислении ртути при минерализации анализируемой пробы воды до двухвалентного состояния, восстановлении всех присутствующих форм ртути до металлической, отгонке паров ртути в кварцевую кювету током инертного газа, измерении оптической плотности паров ртути на резонансной длине волны 253,7 нм и последующем расчете массовой концентрации общей ртути.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

4.1 Средства измерений

4.1.1 Анализатор ртути СЕТАС М-6000А, снабженный устройством автоматического ввода анализируемой пробы в атомизатор **или любой другой аналогичный, обладающий метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанного. (Введено дополнительно. Изменение № 1)**

4.1.2 ГСО состава водных растворов ионов ртути, например ГСО 8006-93 или ГСО 8004-93.

4.1.3 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности.

4.1.4 Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности.

4.1.5 Пипетки мерные градуированные по ГОСТ 29227-91, 2 класса точности и (или) дозаторы пипеточные с дозируемым объемом от 0,01 до 5 $см^3$, с погрешностью дозирования не более 2,5 %.

4.1.6 Весы технические по ГОСТ 24104-88, 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4.2 Вспомогательные устройства

4.2.1 Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82.

4.2.2 Колбы конические по ГОСТ 25336-82.

4.2.3 Воронка стеклянная для фильтрования по ГОСТ 25336-82.

4.2.4 Стаканы или колбы плоскодонные по ГОСТ 25336-82.

4.2.5 Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83.

4.2.6 Фильтры бумажные обеззоленные, "синяя лента".

4.2.7 Пробирки для подготовленных проб, из которых производится подача пробы в анализатор, вместимостью не менее 10 $см^3$.

4.3 Реактивы

4.3.1 Олово двухлористое, 2-водное, с содержанием основного вещества не менее 98 % или по ГОСТ 36-78, ч.д.а.

4.3.2 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, ч.д.а.

4.3.3 Калий надсернокислый по ГОСТ 4146-74, ч.д.а.

4.3.4 Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, химически чистый или по ГОСТ 11125-84, особо чистый

4.3.5 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, химически чистая или по ГОСТ 14262-78, особо чистая

4.3.6 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, химически чистая или по ГОСТ 14261-77, особо чистая

4.3.7 Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456-79, чистый для анализа

4.3.8 Вода деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72, пропущенная через колонку с ионнообменной смолой по ГОСТ 20298-74). Допускается использовать специализированную установку для получения деионизированной воды.

4.3.9 Аргон газообразный по ГОСТ 10157-79 или азот газообразный по ГОСТ 9293-74.

4.3.10 Магний хлорнокислый безводный, ч.

Допускается использование других средств измерений, оборудования и реактивов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных. (Измененная редакция. Изменение № 1)

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021-75.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ 12.1.019-79.

5.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с атомно-абсорбционным анализатором в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, а также при работе с вредными веществами и их соединениями. Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

6 Требования к квалификации операторов

Измерения должен выполнять инженер, прошедший соответствующий курс подготовки по работе на анализаторе ртути и подтвердивший нормативы контроля качества по разделу 12. Пробоподготовку может осуществлять лаборант, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

7 Условия выполнения измерений

При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать условия, установленные в руководстве по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования. Измерения объемов воды и растворов производят при температуре окружающей среды от 15 до 25 ^{0}С.

8 Подготовка к выполнению измерений

Особое внимание уделяют качеству используемых реактивов и чистоте посуды для отбора проб и проведения анализа. Все используемые при анализе реактивы должны быть высокой степени чистоты. При этом особое внимание уделяют отсутствию в реактивах примесей ртути. Если при проведении холостого опыта получают неудовлетворительные результаты, то реактивы заменяют на другие, более высокого качества.

8.1 Подготовка посуды

Перед использованием всю химическую посуду тщательно промывают азотной кислотой, приготовленной по 8.2.1, затем не менее двух раз ополаскивают деионизированной водой.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Раствор разбавленной в соотношении 1: 3 азотной кислоты

Для приготовления 1 дм^3 раствора в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 см^3 деионизированной воды, затем мерным цилиндром осторожно приливают 330 см^3 концентрированной азотной кислоты. После охлаждения раствора до комнатной температуры раствор в колбе доводят до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 1 мес.

8.2.2 Раствор калия марганцовокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3

Для приготовления 100 см^3 раствора 5 г калия марганцовокислого растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом количестве деионизированной воды, затем объем раствора доводят деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в посуде из темного стекла в защищенном от прямых солнечных лучей месте. Срок хранения раствора не более 30 сут.

8.2.3 Раствор калия надсернокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3

Для приготовления 100 см^3 раствора 5 г калия надсернокислого растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом количестве деионизированной воды, затем объем раствора доводят деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора не более 5 сут.

8.2.4 Раствор восстановителя

Для приготовления 500 см^3 раствора 50 г двухлористого олова (хлорида олова (II)) 2-водного помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 отмеряют 50 см^3 деионизированной воды, наливают ее в ту же колбу при перемешивании. Затем осторожно мерным цилиндром отмеряют 35 см^3 концентрированной соляной кислоты и осторожно, при перемешивании, приливают ее в ту же колбу. Объем раствора в колбе доводят до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают. В случае образования нерастворимого осадка раствор необходимо отфильтровать через фильтр "синяя лента". Срок хранения раствора не более 3 сут.

8.2.5 Раствор гидроксиламина гидрохлорида

Для приготовления 100 см^3 раствора 20 г гидроксиламина гидрохлорида, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом количестве деионизированной воды, затем объем раствора доводят деионизированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора не более 7 сут.

8.2.6 Основной раствор с массовой концентрацией ртути 0,1 г/дм^3

В качестве основного раствора используют ГСО состава водных растворов ионов ртути с номинальной массовой концентрацией 0,1 г/дм^3 или приготавливают его путем соответствующего разбавления ГСО состава водных растворов ионов ртути с более высоким значением массовой концентрации ионов ртути деионизированной водой с добавлением 5 см^3 концентрированной азотной кислоты на каждые 100 см^3 раствора.

8.2.7 Рабочий раствор № 1 с массовой концентрацией ртути 1,0 мг/дм^3

Для приготовления 100 см^3 раствора 1 см^3 основного раствора ртути переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят объём раствора до метки деионизированной водой. Раствор хранят в стеклянной колбе с притертой пробкой не более 14 сут.

8.2.8 Рабочий раствор № 2 с массовой концентрацией ртути 0,01 мг/дм^3

Для приготовления 100 см^3 раствора 1 см^3 рабочего раствора № 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят объем раствора до метки деионизированной водой. Срок хранения раствора не более 7 сут.

8.2.9 Градуировочные растворы ртути для градуировки анализатора при измерении массовой концентрации ртути в питьевой, природных и сточных водах и атмосферных осадках

Градуировочные растворы приготавливают непосредственно перед их использованием.

Для приготовления 100 см^3 градуировочных растворов 0; 0,1; 1; 5; 10 см^3 рабочего раствора № 2 и 0,5; 1 см^3 рабочего раствора № 1 помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3. Объем каждого раствора доводят до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

Получают растворы с массовой концентрацией ртути - 0, 0.01, 0,1, 0,5, 1,0, 5.0, 10,0 мкг/дм^3.

Градуировочный раствор с массовой концентрацией ртути равной 0 мкг/дм^3 является холостой пробой

Градуировочные растворы сразу после приготовления переносят в стаканы или колбы и добавляют по 15 см^3 раствора калия марганцовокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 8 см^3 раствора калия надсернокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 2,5 см^3 концентрированной азотной кислоты, 5 см^3 концентрированной серной кислоты и тщательно перемешивают, закрывают и оставляют не менее, чем на 2 часа

Перед проведением измерений по 10 1 в стаканы или колбы с градуировочными растворами добавляют, при перемешивании, раствор гидроксиламина гидрохлорида до обесцвечивания и полного растворения окиси марганца

8 2 10 Контроль качества реактивов

Контроль качества реактивов проводят при применении новой партии одного из реактивов Для этого готовят холостую пробу для контроля реактивов, аналогично 8.2 9, применяя один из реактивов новой партии и проводят ее измерения по 10 2. Если значение оптического поглощения от холостой пробы превышает значение, соответствующее массовой концентрации ртути 0,005 мкг/дм^3, проводят замену применяемых реактивов

8.3 Подготовка анализатора

Подготовка к работе атомно-абсорбционного анализатора ртути осуществляется в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации

Для проведения измерений на анализаторе ртути СЕТАС М-6000А необходимо

- включить анализатор и в зависимости от состояния его готовности (смотри 5 3 1 Руководства по эксплуатации М-6000А) выдержать время прогрева печи и лампы,
- залить раствор восстановителя, приготовленного по 8 2 4, в сосуд для реагента и опустить в него заборную трубку от перистальтического насоса,
- залить деионизированную воду в сосуд для промывки заборника автосамплера и закрепить зажим встроенного перистальтического насоса на задней стенке анализатора,
- установить при помощи редуктора давление газа в подводящей магистрали согласно 1 3 2 3 Руководства по эксплуатации М-6000А.
- вставить в четырехканальный перистальтический насос силиконовые трубки и закрепить их зажимами,
- запустить управляющую программу, включить перистальтический насос и отрегулировать его согласно 3 9 9 Руководства по эксплуатации М-6000А,
- используя последовательность операций, изложенных в 1 5 Программного обеспечения анализатора ртути М-6000А, выполнить измерение градуировочного раствора 0,50 мкг/дм^3 для установления параметров программы по 5 6 12 Программного обеспечения,

8 4 Градуировка анализатора

При градуировке анализатора для анализа проб всех типов вод используют градуировочные растворы, приготовленные по 8 2 9 При этом при анализе проб вод, содержащих ртуть массовой концентрации от 0.01 до 100 мкг/дм^3, применяют градуировочную зависимость, полученную с использованием градуировочных растворов с массовой концентрацией ртути от 0 до 1 мкг/дм^3, а при анализе проб сточных вод, содержащих ртуть массовой концентрации от 100 до 1000 мкг/дм^3 - градуировочные растворы с массовой концентрацией ртути от 1 до 10 мкг/дм^3

Проводят градуировку анализатора, в соответствии с 1.5 Программного обеспечения анализатора ртути М-6000А.

Градуировку анализатора проводят перед началом измерений серии проб, но не реже одного раза в день. Контроль правильности построения градуировочной зависимости проводят не менее, чем по одному градуировочному раствору, например с массовой концентрацией ртути 0,1 и 5 мкг/дм^3 . Результаты контроля признают удовлетворительными, если выполняется условие

$$100 \cdot |C_x - C| / C \leq G_п,$$

где C_x - измеренное значение массовой концентрации ртути в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

С - действительное значение массовой концентрации ртути в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

$G_п$ - норматив контроля, $G_п$ = 15 % - при измерении градуировочного раствора с массовой концентрации ртути 0,1 и 5 мкг/дм^3;

Во время проведения серии измерений через каждые 20 проб или через 2 часа работы, проводят контроль стабильности градуировочной зависимости путем измерения холостой пробы и одного из градуировочных растворов с массовой концентрацией ртути 0,1 или 5 мкг/дм^3. Если значение оптической плотности для холостой пробы не превышает значения, соответствующего массовой концентрации ртути 0,005 мкг/дм^3, и для градуировочного раствора выполняется условие:

$$100 \cdot |C_x - C| / C \leq G,$$

где G - норматив контроля, G = 15 %, то результаты контроля признаются удовлетворительными.

При отрицательных результатах контроля стабильности градуировочных характеристик проводят повторную градуировку анализатора.

9 Отбор проб

Общие требования к отбору проб установлены в ГОСТ Р 51593-2000, ГОСТ Р 51592-2000.

Пробу отбирают в стеклянную бутыль. Объем отобранной пробы должен быть не менее 0,2 дм^3. Если анализ проб проводят более чем через два часа после отбора, пробы консервируют, добавляя 1 см^3 концентрированной азотной кислоты на каждые 200 см^3 пробы воды. Законсервированную пробу хранят при температуре не более 8 ^{0}С не более 24 часов. Если требуется более длительное хранение пробы, ее консервируют, добавляя на каждые 200 см^3 пробы не менее 1 см^3 раствора калия марганцовокислого, приготовленного по 8.2.2. Пробу хранят при температуре не более 8 ^{0}С не более 1 месяца.

10 Выполнение измерений

10.1 Анализируемую пробу тщательно перемешивают, затем аликвоту пробы объемом 100 см^3, отобранную мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 переносят в стакан или колбу и добавляют 15 см^3 раствора калия марганцовокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 8 см^3 раствора калия надсернокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 2,5 см^3 концентрированной азотной кислоты (или 2 см^3 кислоты, если проба была законсервирована по 9) и 5 см^3 концентрированной серной кислоты и тщательно перемешивают. Если интенсивная фиолетовая окраска исчезает, то добавляют, хорошо перемешивая, еще раствор марганцовокислого калия, но не более 15 см^3. Если и при этом окраска исчезает, то методику нельзя использовать для определения содержания ртути в данной пробе.

Для анализа можно использовать меньшую аликвоту анализируемой пробы, при этом объемы применяемых реактивов пропорционально уменьшаются. Количество необходимых реактивов приведено в таблице 2.

Таблица 2

Объем отбираемой аликвоты исследуемой пробы, $см^3$	Кислота серная конц., $см^3$	Кислота азотная конц., $см^3$	Калий маргацово кислый 50 $г/дм^3$, $см^3$	Калий надсерно кислый 50 $г/дм^3$, $см^3$
100	5,0	2,5	15	8,0
50	2,5	1,3	7,5	4,0
25	1,3	0,63	3,8	2,0

Приготовленные таким образом пробы закрывают и оставляют не менее, чем на 2 часа.

Перед проведением измерений в стакан или колбу с минерализованной пробой добавляют при перемешивании раствор гидроксиламина гидрохлорида до обесцвечивания и полного растворения окиси марганца. В случае присутствия в пробе твердых примесей (взвешенных веществ) пробу фильтруют через фильтр "синяя лента". Для измерений отбирают аликвоту подготовленной пробы воды объемом не менее 10 $см^3$.

Оставшуюся часть пробы воды используют как контрольную в случае необходимости повторения измерений, проведения оперативного контроля воспроизводимости и точности по разделу 12.

10.2 Аликвоту пробы наливают в пробирки, устанавливают пробирки с пробами в штатив автосамплера , вводят названия проб и соответствующие им номера в штативе на вкладке Lables рабочего листа, созданного при проведении градуировки анализатора (8.4). Запускают программу на выполнение измерений.

10.3 Если измеренная массовая концентрация ртути в пробе воды больше верхней границы диапазона градуировочной зависимости (больше максимальной массовой концентрации используемых при градуировке анализатора градуировочных растворов), то проводят разбавление (либо исходной пробы деионизированной водой, либо подготовленной по 10.1 аликвоты пробы холостой пробой по 8.2.9) так, чтобы для анализа проб, содержащих ртуть массовой концентрации свыше 1 до 100 $мкг/дм^3$, использовать градуировочные зависимости, определяемые при помощи градуировочных растворов с массовой концентрацией ртути от 0 до 1 $мкг/дм^3$, а для анализа проб сточных вод, содержащих ртуть массовой концентрации свыше 100 до 1000 $мкг/дм^3$ - градуировочные растворы с массовой концентрацией от 1 до 10 $мкг/дм^3$.

10.4 В случаях, когда форма аналитического сигнала (пика), полученного при измерении содержания ртути в пробах вод, отличается от формы сигнала (пика), полученного при измерении содержания ртути в градуировочных растворах или когда измеренное значение массовой концентрации ртути вызывает подозрение, проводят контрольный опыт, используя контрольную часть пробы по 10.1.

11 Вычисление и оформление результатов измерений

11.1 Расчет массовой концентрации ртути в анализируемой пробе проводят при помощи программного обеспечения анализатора на основании градуировочной зависимости, установленной по 8.4. Затем оператор вычитает измеренную массовую концентрацию холостой пробы из каждого результата измерений. В случае разбавления исходной пробы воды по 10.1 (добавление дополнительного объема раствора марганцовокислого калия) или по 10.3, результат необходимо умножить на кратность разбавления.

11.2 Результаты измерений массовой концентрации ртути в анализируемых пробах в документах, предусматривающих их применение, представляют в виде:

$$C \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3,$$

где C - массовая концентрация ртути в пробе, мкг/ дм^3;

Δ - абсолютная погрешность измерения массовой концентрации ртути, мкг/дм^3, при доверительной вероятности P = 0,95 (таблица 1).

12 Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и контроля стабильности показателя правильности рутинного анализа. Средство контроля готовят из ГСО состава водных растворов ионов ртути и анализируют согласно разделу 10. При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения стандартного отклонения промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», $\sigma_{I(T,O,Б)}$, приведенные в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»), $\sigma_{I(T,O,Б)}$, %
от 0,01 до 0,1 включ.	14
св. 0,1 до 10 включ.	7

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе повторяют градуировку прибора, проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Периодичность проведения контроля стабильности результатов измерений устанавливают индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с документами по внутрилабораторному контролю качества результатов анализа.

12.2 Оперативный контроль точности результатов измерений

При внедрении методики в практику работы лаборатории проводят контроль точности результатов измерений массовой концентрации ртути, используя метод добавок в пробы различных типов вод, анализируемых в лаборатории.

В качестве добавок, в зависимости от типов вод, используют рабочий раствор, приготовленный по 8.2.8. Добавка вводится в контрольную часть пробы воды по 10.1.

Величина добавки рассчитывается таким образом, чтобы полученное после введения добавки Сд, мкг/дм^3, значение массовой концентрации ртути в пробе воды Ск, мкг/дм^3, удовлетворяло условию

$$Ск = (1,5 - 2)\ С,$$

где С - измеренное значение массовой концентрации ртути в пробе до введения добавки, мкг/дм^3.

Анализ пробы воды с добавкой производят в тех же условиях, что и исходной пробы воды.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие

$$|Ск - С - Сд| \leq К,$$

где К - норматив оперативного контроля точности;

Сд - действительное значение массовой концентрации ртути в добавке.

Значения норматива оперативного контроля точности рассчитываются по формуле:

$$K = 0,84\sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2},$$

где Δ_1 и Δ_2 - абсолютные погрешности измерения массовой концентрации ртути в пробе с добавкой и в пробе без добавки, мкг/дм^3 (таблице 1).

При превышении нормативов оперативного контроля эксперимент повторяют. В случае повторного превышения норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и принимают меры для их устранения.

После внедрения МВИ в практику работы лаборатории при необходимости проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят межлабораторные сравнительные испытания с использованием данной методики для оценки стандартного отклонения воспроизводимости. В случае невозможности организации межлабораторных сравнительных испытаний допускается, согласно МИ 2336-2002, оценить значение стандартного отклонения воспроизводимости, σ_R, по формуле: $\sigma_R = 1,2 \cdot \sigma_{I(Т,О,Б)}$. Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, пункт 5.3. Сопоставление альтернативных методов измерений проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, раздел 8.

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Всего листов	Номера листов (страниц) с изменением, в том числе:			Номер и название документа, на основании которого вносятся изменения	Дата введения изменения	Фамилия лица, ответственного за регистрацию изменения	Подпись Дата
		измененных	новых	аннулированных				
1	2	2,3	–	–	–	19.02.07	Попова	11.02.08

Центр Исследования и Контроля Воды
аккредитован в Системе аккредитации аналитических лабораторий (центров)
Госстандарта России, № Госреестра РОСС RU.0001.510045
Метрологическая служба аккредитована на право аттестации методик выполнения измерений и проведения метрологической экспертизы документов, в том числе применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора,
№ Госреестра 01.00031-97

199034, Санкт-Петербург, Университетская наб., 7/9
Факс (812) 323 -04-79

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 070055

о метрологической аттестации
методики выполнения измерений массовой концентрации ртути в водах методом беспламенной атомной абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара»)
ЦВ 3.21.12-00 «А»

Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути в водах методом беспламенной атомной абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара»),

разработанная Центром исследования и контроля воды,

регламентированная в документе:

«Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути в водах методом беспламенной атомной абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара») (ЦВ 3.21.12-00 «А»)

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 (ГОСТ 8.010-90).

Аттестация осуществлена по результатам экспериментального исследования МВИ и метрологической экспертизы материалов по ее разработке.

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

Объект измерений	Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95) $\pm \Delta$, мкг/дм^3
Питьевая, природная вода и атмосферные осадки	от 0,01 до 1,0	$0,2 \cdot C + 0,005$
Сточные воды	от 0,01 до 10	$0,4 \cdot C + 0,003$

Свидетельство выдано 28 декабря 2000 года

Директор Н.П. Ушаков

gost.e-ecolog.ru

193015, Санкт-Петербург, ул. Кавалергардская, 42
Телефон: (812) 323 0025
Факс: (812) 323 0479
E-mail: welcome@ aqua-analyt.com