

Утверждаю
Генеральный директор
ООО "Мониторинг"
Королева Т.М.
"__" _____ 2008 г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРОБАХ ПОЧВ, ГРУНТОВ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ МЕТОДАМИ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ И АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

М-МВИ-80-2008

Санкт-Петербург

2008

gost.e-ecolog.ru

Содержание

1	**Назначение и область применения методики**		**3**
2	**Диапазоны измерений и характеристики погрешности**		**3**
3	**Измерение массовой доли металлов методом АЭС-ИСП**		**4**
	3.1	Метод измерений	4
	3.2	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	4
		3.2.1 Средства измерений	4
		3.2.2 Вспомогательные устройства	6
		3.2.3 Реактивы	6
	3.3	Требования безопасности	7
	3.4	Требования к квалификации оператора	7
	3.5	Условия выполнения измерений	7
	3.6	Отбор проб	7
	3.7	Подготовка к выполнению измерений	7
		3.7.1 Приготовление растворов	7
		3.7.2 Подготовка прибора к измерениям	8
		3.7.3 Приготовление градуировочных растворов	9
		3.7.4 Установление градуировочных характеристик	9
	3.8	Разложение проб	11
		3.8.1 Разложение проб при определении подвижных форм элементов	11
		3.8.2 Разложение проб при определении водорастворимых форм элементов	11
		3.8.3 Разложение проб при определении кислоторастворимых форм элементов	11
		3.8.4 Разложение проб с использованием микроволновой печи минерализатора на валовое содержание элементов в пробе	12
	3.9	Выполнение измерений	13
	3.10	Обработка результатов измерений	13
	3.11	Представление результатов измерений	14
	3.12	Контроль точности измерений	14
		3.12.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики	14
		3.12.2 Контроль правильности с использованием образцов для контроля	15
4	**Измерение массовой доли элементов методом ААС с пламенной и электротермической атомизацией**		**16**
	4.1	Диапазоны измерений и характеристики погрешности	16
	4.2	Метод измерений	16
	4.3	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	16
	4.4	Требования безопасности	16
	4.5	Требования к квалификации оператора	16
	4.6	Условия выполнения измерений	16
	4.7	Отбор проб	16
	4.8	Подготовка к выполнению измерений	16
	4.9	Выполнение измерений	19
	4.10	Обработка результатов измерений	20
	4.11	Представление результатов измерений	20
	4.12	Контроль точности измерений	21
5	**Выполнение измерений массовой доли ртути атомно-абсорбционным методом «холодного пара»**		**22**
	5.1	Диапазоны измерений и характеристики погрешности	22
	5.2	Метод измерений	22
	5.3	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	22
	5.4	Требования безопасности	22
	5.5	Требования к квалификации оператора	22
	5.6	Условия выполнения измерений	22
	5.7	Отбор проб	22
	5.8	Подготовка к выполнению измерений	23
	5.9	Выполнение измерений	24
	5.10	Обработка результатов измерений	24
	5.11	Представление результатов измерений	25
	5.12	Контроль точности измерений	25
6	**Список нормативных документов**		**26**

1. Назначение и область применения методики

1.1 Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой доли элементов в пробах (образцах) всех типов почв, грунтов и донных отложений тремя методами: атомно-эмиссионной спектрометрии (АЭС), атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС-ЭТ, ААС пламя), атомно-абсорбционной спектрометрии «холодного пара» (ААС ХП).

1.2 Пробы, анализируемые по настоящей методике, отбираются и подготавливаются к анализу в соответствии с нормативными документами, распространяющимися на почвы (ГОСТ 17.4.4.02, ГОСТ 28168, ПНД Ф 12.1:2:2.2:3.2-02-03 и др.), на грунты (ГОСТ 12071 и др.), на донные отложения (ГОСТ 17.1.5.01 и др.), ГОСТ 5180.

Пробы предоставляются на анализ с сопроводительным документом (актом, протоколом), содержащим информацию, предусмотренную ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006, п.5.10.3.2.

1.3. Методика позволяет определять валовое содержание элементов, а также элементы, находящиеся только в подвижной, водорастворимой или кислоторастворимой формах.

1.4. Перечень определяемых элементов и их формы указываются в задании (заявке) на проведение измерения (анализа).

1.5 Лаборатория выбирает способ разложения пробы и метод анализа в зависимости от поставленной в заявке задачи, руководствуясь табл. 1, а также п 3.8.

2. Диапазоны измерений и характеристика погрешности

2.1. Диапазоны измерений массовой доли элемента для каждого метода приведены в табл.1

Таблица 1 - Диапазон измерений массовой доли элемента

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, мг/кг (млн$^{-1}$)*,**			
	Метод АЭС-ИСП	Метод ААС		Метод ААС-ХП
		ЭТ	Пламя	
Алюминий	от 5,0 до 5,0·10^4	от 5,0 до 5,0·10^4	от 5,0 до 5,0·10^4	-
Бром	от 5,0 до 1,0·10^3	-	-	-
Бор	от 5,0 до 1,0·10^3	-	-	-
Бериллий	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,50 до 1,0·10^3	от 5,0 до 1,0·10^3	-
Барий	от 5,0 до 5,0·10^3	-	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Ванадий	от 5,0 до 1,0·10^3	от 5,0 до 1,0·10^3	от 5,0 до 1,0·10^3	-
Висмут	от 5,0 до 1,0·10^3	от 5,0 до 1,0·10^3	от 5,0 до 1,0·10^3	-
Вольфрам	от 5,0 до 1,0·10^3	-	-	-
Железо	от 0,5 до 5,0·10^3	от 0,5 до 5,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Кальций	от 5,0 до 5,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Калий	от 5,0 до 5,0·10^5	-	от 5,0 до 5,0·10^5	-
Кадмий	от 0,05 до 1,0·10^3	от 0,05 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Кобальт	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Кремний	от 0,5 до 1,0·10^5	от 0,5 до 1,0·10^5	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Магний	от 5,0 до 5,0·10^5	от 5,0 до 5,0·10^5	от 5,0 до 5,0·10^5	-
Марганец	от 0,5 до 5,0·10^3	от 0,5 до 5,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Медь	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Молибден	от 1,0 до 1,0·10^3	от 1,0 до 1,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Мышьяк	от 0,05 до 1,0·10^3	от 0,05 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Натрий	от 5,0 до 5,0·10^5	-	от 5,0 до 5,0·10^5	-

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, мг/кг (млн$^{-1}$)*,**			
	Метод АЭС-ИСП	Метод ААС		Метод ААС-ХП
		ЭТ	Пламя	
Никель	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Олово	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Ртуть***	-	-	-	от 0,005 до 1,0·10^3
Свинец	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Селен	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 1,0·10^3	-
Серебро	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Стронций	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Сурьма	от 5,0 до 1,0·10^3	от 5,0 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Таллий	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Теллур	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 1,0·10^3	-
Титан	от 5,0 до 5,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	от 5,0 до 5,0·10^3	-
Хром	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-
Цинк	от 0,5 до 1,0·10^3	от 0,5 до 1,0·10^3	от 1,0 до 5,0·10^3	-

* Верхняя граница диапазона измерений массовой доли элементов указана с учетом возможного разбавления раствора анализируемой пробы, но не более чем в 1000 раз

** В соответствии с международной системой единиц СИ массовая доля компонента В, которая по определению есть «отношение массы компонента В к массе смеси», является безразмерной величиной, т.е. ее основная единица по СИ – «1». Для обозначения дольных единиц, составляющих $1\cdot10^{-2}$, $1\cdot10^{-3}$ и $1\cdot10^{-6}$ от основной, приняты специальные наименования и обозначения: процент, %; промилле, ‰; миллионная доля, млн$^{-1}$ (международное обозначение – ppm). Отсюда следует, что используемая ранее в аналитической литературе несистемная единица «мг/кг» численно равна принятой в настоящем документе системной единице млн$^{-1}$.

*** Допускается определять ртуть методами АЭ-ИСП, ААС при наличии гидридной приставки.

«-» означает, что метод не применяли для анализа элемента.

2.2 Границы суммарной относительной погрешности измерений (±δ при доверительной вероятности P=0,95) ± 30 %.

Примечание: Соответствуют относительной расширенной неопределённости измерений при коэффициенте охвата, равном 2)

3 Измерение массовой доли элементов методом АЭС-ИСП

3.1 Метод измерений

3.1.1. Метод АЭС-ИСП основан на измерении интенсивности излучения атомов определяемых элементов, возникающего при распылении раствора анализируемой пробы в аргоновую плазму, индуктивно возбуждаемую радиочастотным электромагнитным полем.

3.1.2 Раствор получают одним из указанных в п. 3.8 способов разложения.

3.1.3 Разложение проб при определении валового содержания элементов проводят методом микроволнового разложения; при определении подвижных форм элементов по ГОСТ 26483 (п. 4), ГОСТ 26204 (п. 4), ГОСТ 26206 (п.4), РД 52.18.289 (п.4, 5), при определении кислоторастворимых форм по РД 52.18.191-89 (п.4, 5).

3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.2.1 Средства измерений

3.2.1.1 Атомно-эмиссионный спектрометр любого типа с генератором возбуждения индуктивно-связанной аргоновой плазмы и устройством для обработки выходных

сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов.

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

3.2.1.3 Дозатор пипеточный ДП 1-50 по ГОСТ 28311.

3.2.1.4 Дозаторы пипеточные одноканальные с изменяемым объемом дозирования ДПВ-1-2000-5000, ДПВ-1-2000-10000 по ТУ 9452-001-33189998.

3.2.1.5 Термометр типа Б с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С, 2-го класса точности с ценой деления 0,2 °С по ГОСТ 28498.

3.2.1.6 Государственные стандартные образцы водных растворов ионов элементов с массовой концентрацией элементов 1 мг/см^3 и относительной погрешностью не более 1 % по ГОСТ 8.315:

- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия (например, ГСО 8059–94 - ГСО 8061–94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кадмия (например, ГСО 6690-94 - ГСО 6692–93);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов калия (например, ГСО 8092-94 - ГСО 8094-94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов хрома (например, ГСО 8035–94 - ГСО 8037–94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов меди (например, ГСО 7998–93 - ГСО 8000–93);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов магния (например, ГСО 7190-95 - ГСО 7192–95);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кобальта (например, ГСО 8089–94 - ГСО 8091–94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кремния (например, ЭМ 07.02.005);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов свинца (например, ГСО 7012– 93 - ГСО 7014–93);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов железа (например, ГСО 8032–94 - ГСО 8034–94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов марганца (например, ГСО 8056–94 - ГСО 8058–94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов натрия (например, ГСО 8062-94 - ГСО 8064-94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов никеля (например, ГСО 8001–93 - ГСО 8003–93);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов цинка (например, ГСО 8053–94 - ГСО 8055–94);
- государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов титана (IV) (например, ГСО 7205–95 - ГСО 7207–95).

3.2.1.7 Государственные стандартные образцы состава водных растворов смеси ионов:

- государственные стандартные образцы 2293-89П ГСОРМ-1 (Hg-1000 мкг/см^3, Cd-1000 мкг/см^3, Mn-1000 мкг/см^3, Zn-2000 мкг/см^3, РЬ-2000 мкг/см^3);
- государственные стандартные образцы 2294-89П ГСОРМ-2 (Cu-1000 мкг/см^3, Co-1000 мкг/см^3, Ni-1000 мкг/см^3, Sr-1000 мкг/см^3, Cr-1000 мкг/см^3, Fe-1000 мкг/см^3);
- государственные стандартные образцы 2295-89П ГСОРМ-3 (V-1000 мкг/см^3, Sb-1000 мкг/см^3, Mo-1000 мкг/см^3, Bi-1000 мкг/см^3,Ti-2000 мкг/см^3, Sn-2000 мкг/см^3);
- ГСО 4483-89 ГСОРМ-30 (Na-1000 мкг/см^3, K-1000 мкг/см^3, Mg-1000 мкг/см^3, Ca-1000 мкг/см^3, Al-1000 мкг/см^3).

3.2.1.8 Государственный стандартный образец ГСО 2297-89 ГСОРМ-5 (Si-1000 мкг/см^3).

3.2.1.9 Государственный стандартный образец ГСО 5216-90 (барий - 1000 мкг/см^3).

3.2.1.10 Государственный стандартный образец ГСО 5217-90 (бериллий - 100 мкг/см^3).

3.2.1.11 Государственный стандартный образец ГСО 6068-91 (вольфрам - 1000 мкг/см^3).

3.2.1.12 Государственный стандартный образец ГСО 7143-95/7144-95 (мышьяк - 100 мкг/см^3).

3.2.1.13 Государственный стандартный образец ГСО 6076-91 (селен -1000 мкг/см^3).

3.2.1.14 Государственный стандартный образец ГСО 6083-91 (титан -1000 мкг/см^3).

3.2.1.15 Комплексный раствор ионов металлов КС-1 ГСО 7330-96.

3.2.1.16 Сертифицированный образец многокомпонентного раствора элементов (23 элемента), номер по каталогу фирмы Merck, Германия ОС254877.

3.2.1.17 Стандартные образцы состава континентальных осадочных отложений ГСО 5358-90 (ООКО151), ГСО 5359-90 (ООКО152), ГСО 5360-90 (ООКО153), ГСО 5361-90 (ООКО201), ГСО 5362-90 (ООКО202), ГСО 5363-90 (ООКО203), ГСО 5364-90 (ООКО204), ГСО 5365-90 (ООКО301), ГСО5366-90 (ООКО302), ГСО 5367-90 (ООКО303).

3.2.1.18 Стандартные образцы почв - комплект СДПС (дерновоподзолистые) (ГСО 2498-83, 2499-83, 2500-83), комплект СКР (красноземы) (ГСО 2501-83, 2502-83, ГСО 2503-83), комплект ССК (сероземы) (ГСО 2505-83, ГСО 2506-83), комплект СЧТ (черноземы) (ГСО 2507-83, ГСО 2508-83, ГСО 2509-83).

3.2.2 Вспомогательные устройства

3.2.2.1 Микроволновая печь минерализатор MARS 5, фирмы GEM, США с комплектом реакционных ячеек XP-1500 Plus&OMNI.

3.2.2.2 Платформа нагревательная по ТУ 9652-107-56142166.

3.2.2.3 Стаканчик для взвешивания типа СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

3.2.2.4 Колба КН-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

3.2.2.5 Фильтры бумажные обеззоленные, синяя лента по ТУ 6-09-1678.

3.2.2.6 Колбы конические вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

3.2.2.7 Стакан химический вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 25336.

3.2.2.8 Цилиндр мерный вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

3.2.2.9 Цилиндр мерный вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770.

3.2.2.10 Плитка электрическая, по ГОСТ 14919.

3.2.2.11 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

3.2.2.12 Пипетки на 1,0; 5,0; 10,0; 25,0 см^3 по ГОСТ 29227.

3.2.2.13 Стеклянные воронки по ГОСТ 25336.

3.2.2.14 Баня водяная любого типа

3.2.3 Реактивы

3.2.3.1 Кислота азотная ос.ч.-33-5 по ТУ-6-03-366.

3.2.3.2 Кислота серная (d = 1,83 г/см^3), ос.ч. по ГОСТ 14262.

3.2.3.3 Кислота хлористоводородная ос.ч. - 7-4 по ГОСТ 14261.

3.2.3.5 Калий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ 4234.

3.2.3.6 Перекись водорода ос.ч.-8-4 по ТУ-6-02-570.

3.2.3.7 Вода бидистиллированная ос.ч.-27-5 по ТУ-6-09-2502 или деионизиро-

ванная по ГОСТ Р 52501.

3.2.3.8 Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157-79

3.2.3.9 Кислота борная х.ч. по ГОСТ 9656.

3.2.3.10 Кислота плавиковая марки 27-5 ос.ч по ТУ 6-09-3401-88.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования, материалов и реактивов с метрологическими характеристиками не хуже указанных.

3.3 Требования безопасности

3.3.1 По степени воздействия на организм человека используемые при выполнении измерений реактивы относятся к вредным веществам 2-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

3.3.2 Помещение, в котором проводят анализ раствора, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией.

3.3.3 Помещение, в котором проводят разложение проб должно быть оборудовано вытяжными шкафами и приточно-вытяжной вентиляцией.

3.3.4 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с вредными веществами и их соединениями.

3.4 Требования к квалификации оператора

Подготовку проб к анализу может осуществлять лаборант, имеющий навыки работы в химической лаборатории. К работе на приборе допускаются лица с высшим или среднеспециальным образованием, владеющие техникой работы на приборе.

3.5 Условия выполнения измерений

При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, К	293 ± 5 (20 ± 5) °С
атмосферное давление, кПа	101 ± 4 (760 ± 30) мм рт.ст.
относительная влажность воздуха, %	80 ± 15

3.6 Отбор проб

Отбор проб, хранение, транспортирование и их предварительную подготовку для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 12071, ГОСТ 17.4.4.02, ГОСТ 28168, ПНД Ф 12.1:2:2.2:3.2-02-03, ГОСТ 17.1.5.010 (донные отложения), ГОСТ 5180.

3.7 Подготовка к выполнению измерений

3.7.1 Приготовление растворов

3.7.1.1 Приготовление раствора серной кислоты 1:1.

Мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ отмеряют 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 $г/см^3$ и переносят в стакан вместимостью 150 $см^3$, в который предварительно помещают 50 $см^3$ бидистиллированной воды. Перемешивают. Срок хранения раствора 1 год.

3.7.1.2 Приготовление раствора азотной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3

7 см^3 концентрированной азотной кислоты плотностью 1,41 г/см^3 растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе на 1000 см^3 и доводят объем до 1000 см^3.

3.7.1.3 Приготовление экстагирующего раствора – раствора хлористого калия с молярной концентрациией 1 моль/дм^3

75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г переносят в мерную колбу на 1000 см^3 и растворяют в бидистиллированной воде, затем доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения раствора 6 месяцев.

3.7.1.4 Приготовление раствора борной кислоты с массовой долей 4 %.

4 г борной кислоты растворяют в 96 см^3 бидистиллированной воды. Срок хранения раствора 1 год.

3.7.2 Подготовка прибора к измерениям

Подготовку прибора к измерениям осуществляют в точном соответствии с руководством по эксплуатации.

Рекомендуемые режимы работы приборов приведены в таблице 2

Таблица 2 - Условия проведения измерений на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой

Элемент	Длина волны, нм	Элемент	Длина волны, нм
Al	167,080; 308,215; 396,152	Mo	202,030; 203,844; 204,844
Ag	328,068	Na	330,237; 588,995; 589,592
As	189,042; 193,759	Ni	231,604
B	249,773; 249,678; 208,959	Pb	220,353
Ba	233,527; 455,403; 493,409	Si	212,412; 251,611; 288,158
Be	234,861; 313,042	Sb	206,833; 217,581
Bi	223,061; 306,772	Se	196,026; 203,985
Br	700,520	Si	212,412; 215,611; 288,158
Ca	315,887; 317,933; 393,366	Sn	189,980; 235,848
Cd	214,438; 226,502; 283,563	Sr	421,552; 407,771; 460,733
Co	228,616; 238,892	Te	214,281
Cr	205,552; 267,716; 283,563	Ti	334,941; 336,121; 337,280; 368,520
Cu	324,754; 327,396	Tl	190,864; 351,924
Fe	239,200; 259,940; 271,441	V	292,402; 290,882; 310,230; 311,071
K	766,490; 769,900	W	207,911; 209,860; 239,709
Mg	279,079; 279,553; 285,210	Zn	206,200; 213,856
Mn	257,610; 293,306		

3.7.3 Приготовление градуировочных растворов

3.7.3.1 Основные градуировочные растворы готовят из ГСО элементов с массовой концентрацией элементов 1 мг/см^3 (исходный раствор) последовательным разбавлением, согласно таблице 3.

Таблица 3 – Рекомендуемые основные градуировочные растворы

Массовая концентрация раствора, взятого для приготовления основного раствора, мг/дм^3	Объем раствора, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация полученного основного раствора, мг/дм^3
1000	5	50	100
1000	1	100	10
100	1	100	1,0
100	1	200	0,5
1,0	10	100	0,1
1,0	5	100	0,05
1,0	1	100	0,01
0,1	5	100	0,005
0,1	1	100	0,001

3.7.3.2 Рабочие градуировочные растворы готовят в мерных колбах последовательным разбавлением. Для разбавления применяют азотную кислоту с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3.

При приготовлении рабочих градуировочных растворов отбирают указанный объем основного раствора (таблица 4) в мерные колбы указанной вместимости, доводят до метки азотной кислотой с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3 и тщательно перемешивают (кроме растворов Sb, Sn). Азотную кислоту с концентрацией 0,1 моль/дм^3 используют как фоновый раствор при установлении градуировочной характеристики.

В мерные колбы с градуировочными растворами Sn и Sb добавляют концентрированную серную кислоту из расчета 0,5 см^3 на 10 см^3 градуировочного раствора.

Таблица 4 - Рекомендуемые рабочие градуировочные растворы для построения градуировочных характеристик

Элемент	Массовая концентрация основного раствора, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Вместимость мерной колбы, см^3	Массовая концентрация элемента в рабочем градуировочном растворе, мг/дм^3
Al, Br, B, Ba, Bi,	1,0	1,0	100	0,01
Ca, K, Mg, Na, Ti	1,0	5,0	100	0,05
Sb, W, V	1,0	10,0	100	0,1
	10	5	100	0,5
	10	5	50	1,0
	10	25	50	5,0
Be, Fe, Co, Si, Mn,	0,1	2,0	100	0,002
Cu, Ni, Sn, Pb, Se,	0,5	1,0	100	0,005
Ag, Sr, Tl, Te, Cr,	1,0	1,0	100	0,01
Zn	1,0	5,0	100	0,05
	1,0	10,0	100	0,1
	10	5,0	100	0,5
Cd, As	0,01	1,0	50	0,0002
	0,01	2,5	50	0,0005
	0,1	1,0	100	0,001
	0,5	1,0	100	0,005
	1,0	1,0	100	0,01
	1,0	10,0	100	0,1
	10	5	50	1,0
Mo	0,5	1,0	100	0,005

Элемент	Массовая концентрация основного раствора, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Вместимость мерной колбы, см^3	Массовая концентрация элемента в рабочем градуировочном растворе, мг/дм^3
	1,0	1,0	100	0,01
	1,0	10,0	100	0,1
	1,0	10,0	100	1,0
	10	5,0	100	5,0

Относительная погрешность приготовления рабочих градуировочных растворов не превышает 5 %.

Срок хранения градуировочных растворов в холодном месте с массовой концентрацией:

от 100 до 10 мг/дм^3 не более 2 мес.;

от 10 до 1,0 мг/дм^3 не более 1 мес.;

от 1,0 до 0,1 мг/дм^3 не более 7 суток.

Растворы с массовой концентрацией менее 0,1 мг/дм^3 готовят непосредственно перед началом измерений и используют в течение одного рабочего дня.

3.7.4 Установление градуировочных характеристик

3.7.4.1 Градуировку прибора проводят перед началом измерений.

3.7.4.2 Для получения градуировочной характеристики измеряют 2 раза подряд выходные сигналы (A_{0i} для фонового раствора, а затем $A_{1,2}$ для рабочих градуировочных растворов элементов в порядке возрастания концентрации).

Вычисляют средние значения выходных сигналов и проверяют приемлемость выходных сигналов по условию

$$\frac{|A_1 - A_2|}{\overline{A}} \cdot 100 \le K_B, \qquad (1.1)$$

где K_B - норматив (предел повторяемости выходных сигналов), K_B = 10 %.

При превышении норматива измерения необходимо повторить, устранив причину неудовлетворительных результатов.

3.7.4.3 Для установления градуировочных характеристик (зависимость между выходными сигналами прибора и массовой концентрацией элемента в градуировочном растворе) используют встроенный или персональных компьютер.

В случае его отсутствия, строят градуировочный график, откладывая на оси ординат среднее значение выходных сигналов $(\overline{A})$ за вычетом значения среднего сигнала от фонового раствора, а по оси абсцисс - соответствующее значение массовой концентрации элемента C, мг/дм^3.

Масштаб и вид градуировочной характеристики устанавливается автоматически с учетом используемых средств измерений. Если градуировочная характеристика отклоняется от прямолинейной зависимости, то следует работать в диапазоне линейности.

3.7.4.4. При каждой градуировке для каждого элемента проверяют приемлемость установленной градуировочной характеристики.

Для этого вычисляют относительное отклонение среднего выходного сигнала для градуировочного раствора от соответствующей точки на градуировочной характеристике. Значение отклонения не должно превышать 15 %. В противном случае необходимо установить новую градуировочную характеристику.

При использовании программного обеспечения используемого прибора возможна проверка приемлемости по коэффициенту корреляции.

Градуировочная характеристика должна, в таком случае, соответствовать прямолинейной зависимости с коэффициентом корреляции не менее 0,98.

3.8 Разложение проб

Разложение и последующие операции проводят для двух одинаковых навесок анализируемой пробы (далее – параллельные определения). Одновременно готовят холостой раствор, используя те же реактивы и материалы.

3.8.1 Разложение проб при определении подвижных форм элементов

Навеску анализируемой пробы массой 2,0 г помещают в стеклянный стакан, приливают 10 см^3 азотной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3, перемешивают и выдерживают при температуре 90 °С и при перемешивании в течение 3-х часов. Затем пробу фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу на 100 см^3. Объем доводят до метки бидистиллированной водой. Полученный раствор анализируют на приборе.

Примечание: Допускается извлечение подвижных форм элементов другими способами по ГОСТ 26483 (п.4), ГОСТ 26204 (п. 4), ГОСТ 26206 (п. 4), РД 52.18.289 (п 4,5).

Холостой раствор готовят, используя все те же реактивы и материалы, что и для подготовки анализируемых проб.

3.8.2 Разложение проб при определении водорастворимых форм элементов

Для определения водорастворимых форм элементов проводят подготовку по РД 52.18.286-90 (п. 4).

3.8.3 Разложение проб при определении кислоторастворимых форм элементов

3.8.3.1 Разложение проб смесью концентрированной азотной кислоты и перекиси водорода для элементов - таллия, мышьяка, селена, теллура, олова, сурьмы, таллия, бериллия

а) Навеску пробы массой 1,0 г помещают в стеклянный стакан, приливают 20 см^3 концентрированной азотной кислоты, перемешивают и постепенно нагревают на электрической плите при температуре 95 °С, избегая бурного кипения. При уменьшении объема пробы до 10 см^3 пробу охлаждают до комнатной температуры и добавляют 2 см^3 перекиси водорода (33 %), затем снова нагревают пробу до температуры 95 °С и доводят до состояния "влажных солей". По охлаждении до комнатной температуры, проводят выщелачивание, добавляя 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, при слабом нагревании до 50 °С, затем охлаждают до комнатной температуры.

б) После охлаждения полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят бидистиллированной водой до метки. В случае, если в обработанной пробе осталась взвесь, ее удаляют фильтрованием пробы в сухую посуду (мерную колбу на 100 см^3) через фильтр "синяя лента". Небольшим количеством бидистиллированной воды промывают фильтр с осадком, добавляя промывные воды к раствору, затем доводят до метки бидистиллированной водой.

Холостой раствор готовят, используя все те же реактивы и материалы, что и для подготовки анализируемых проб.

3.8.3.2 Разложение проб смесью концентрированной азотной кислоты и перекиси водорода для остальных элементов

Пробу обрабатывают по 3.8.3.1 а), затем добавляют 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, нагревают до температуры 95 °С и доводят до состояния "влажных солей". Охлаждают, добавляют бидистиллированную воду и количественно переносят полученный раствор в мерную колбу на 100 $см^3$, затем доводят бидистиллированной водой до метки.

В случае, если в обработанной пробе осталась взвесь, ее удаляют фильтрованием пробы в сухую посуду (мерную колбу на 100 $см^3$) через фильтр "синяя лента". Небольшим количеством бидистиллированной воды промывают фильтр с осадком, добавляя промывные воды к раствору, затем доводят до метки бидистиллированной водой.

Холостой раствор готовят, используя все те же реактивы и материалы, что и для подготовки анализируемых проб.

3.8.4 Разложение проб при определении валового содержания элементов

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в тефлоновый стаканчик и смачивают 5 $см^3$ дистиллированной воды. В стаканчик добавляют 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 4 $см^3$ азотной кислоты, после вскипания добавляют 10 $см^3$ фтористоводородной кислоты и выдерживают 10 минут на плитке, накрытой асбестовым одеялом, при температуре ~ 260 °С.

После этого добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты (1:1). При добавлении серной кислоты происходит окисление органики, избыток органики устраняют, добавляя 0,5 $см^3$ перекиси водорода. Продолжают упаривание пробы досуха.

При неполном разложении (при полном проба должна светлеть) добавляют ~ 0,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты до выделения белых паров (удаление остатков серной кислоты), и упаривают пробу досуха.

К упаренной пробе добавляют 1-2 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, растворяют осадок и количественно (не фильтруя) переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, доводят бидистиллированной водой до метки.

Холостой раствор готовят, используя все те же реактивы и материалы, что и для подготовки анализируемых проб.

3.8.4.1 Разложение проб с использованием микроволновой печи минерализатора на валовое содержание элементов в пробе

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в реакционную ячейку типа HP500 Plus, XP-1500 Plus&OMNI (материал фторопласт), приливают реагенты согласно руководству по эксплуатации к микроволновой печи. Закрывают реакционную емкость затвором с диском безопасности, помещают в камеру и размещают симметрично. Закрывают дверь микроволновой печи до полного срабатывания запорного механизма. Выбирают соответствующую программу для разложения проб.

Пример программы для валового разложения проб приведен в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 - Программа для валового разложения проб

Стадия	Масса навески, г	Реагенты	Объем, $см^3$	Температура, °С	Мощность, Вт	Давление, кПа (бар)	Время, мин
I	0,5	HNO_3 конц. HF конц. HCl конц. H_2O	5 4 1 10	210	1200	17500 (175)	20
II		H_3BO_3 (4 %)	30	170	1200	10000 (100)	5

Пример программы для кислоторастворимых форм элементов в пробе приведен в таблице 6.

Таблица 6 - Программа для кислоторастворимых форм элементов

Стадия	Масса навески, г	Реагенты	Объем, $см^3$	Температура, °С	Мощность, Вт	Давление, кПа (бар)	Время, мин
I	0,5	HNO_3 конц.	10	165	400	35000 (350)	2
II		-	-	175	400	35000 (350)	3

По завершении программы разложения и охлаждения, полученный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в мерную колбу на 100 $см^3$, обмывая внутренние стенки реакционной емкости и фильтр с осадком бидистиллированной водой. Затем доводят бидистиллированной водой до метки. Полученный раствор анализируют.

Холостой раствор готовят, используя все те же реактивы и материалы, что и для подготовки анализируемых проб.

Примечание – Допускается проведение подготовки проб для анализа подвижных, кислоторастворимых форм и их валового содержания с использованием руководства по эксплуатации микроволновой печи минерализатора.

3.9 Выполнение измерений

3.9.1 Два анализируемых (параллельные определения) и холостой растворы помещают в дозирующее устройство прибора и измеряют 2 раза выходной сигнал. Проверку приемлемости выходных сигналов прибора осуществляют по 3.7.4.2

3.9.2 По градуировочной характеристике находят значение массовой концентрации определяемого элемента в анализируемых и холостом растворах по среднему значению выходного сигнала.

Значение массовой концентрации элемента в анализируемых растворах ($C_{м1}$, $C_{м2}$ - параллельные определения и $C_х$) при использовании программного обеспечения прибора указывается автоматически.

3.9.3 В том случае, если значение массовой концентрации в анализируемом растворе выходит за пределы градуировочной характеристики, раствор следует разбавить, но не более чем в 1000 раз, бидистиллированной водой, так чтобы массовая концентрация могла быть рассчитана по градуировочной характеристике.

3.10 Обработка результатов измерений

3.10.1 Массовую долю определяемого элемента в пробе для каждого определения (X_i), $млн^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{(C_{мi} - C_X) \cdot V \cdot k}{m}, \quad (1.2)$$

где $C_{мi}$ - массовая концентрация элемента в анализируемом растворе (параллельные определения), найденная по градуировочной характеристике, $мг/дм^3$;

C_X - массовая концентрация элемента в холостом растворе, найденная по градуировочной характеристике, $мг/дм^3$;

V - объем анализируемого раствора, (V=100 $см^3$);

k – коэффициент разбавления (от 1 до 1000);

m - масса навески пробы, г.

3.10.2 Вычисляют среднее значение массовой доли элемента для двух определений ($\bar{X}$)

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

(1.3)

и проверяют приемлемость результатов параллельных определений по условию:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \cdot 100 \le d \ ,$$

(1.4)

где d – норматив (предел повторяемости результатов параллельных определений), d=30 %.

При выполнении условия 1.4 $\bar{X}$ *округляют* и принимают в качестве результата измерений.

При превышении норматива, измерения необходимо повторить, устранив причину неудовлетворительных результатов.

3.11 Представление результатов измерений

Результат измерений массовой доли элемента в пробе (образце) представляют в виде:

$\bar{X} \pm \Delta$, млн$^{-1}$, (P=0,95),

где Δ- границы суммарной абсолютной погрешности измерения массовой доли элемента, млн$^{-1}$, при доверительной вероятности P=0,95.

Значение Δ, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле:

$$\Delta = \frac{\bar{X}}{100} \cdot \delta$$

(1.5)

где δ - границы суммарной относительной погрешности, %.

Дополнительно указывают какую форму элемента и в каком объекте определяли.

Например:

- Массовая доля кислоторасторимой формы железа в почве составляет: (65±20) млн$^{-1}$,

- Массовая доля (валовое содержание) марганца в пробе донного отложения составляет: (5,3·±1,6·)10^3 млн$^{-1}$ или (0,53±0,16) %.

- Массовая доля водорастворимого кобальта в грунте составляет: (8,3±2,6) млн$^{-1}$.

3.12 Контроль точности измерений

3.12.1 Контроль стабильности градуировочных характеристик

Стабильность градуировочных характеристик проверяют анализом контрольных растворов (один из рабочих градуировочных растворов таблицы 4) через каждые 15 анализируемых растворов и в конце измерений.

Контроль проводят для каждого элемента.

Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{\text{и}} - C_{\text{Р}}|}{C_{\text{р}}} \cdot 100 \le K_{\text{С}} \qquad (1.6)$$

где $C_{\text{и}}$ – результат измерений массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мкг/дм^3.

$C_{\text{Р}}$ - приписанное значение массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мкг/дм^3;

$K_{\text{С}}$ - норматив контроля, $K_{\text{С}}$ = 15 %.

В противном случае необходимо установить градуировочную характристику заново и повторить измерения.

3.12.2 Контроль правильности с использованием образцов для контроля

Контроль проводится на этапе освоения МВИ, при переходе на другой вид проб, а также согласно планам внутрилабораторного контроля.

Образцами для контроля являются стандартные образцы состава почв, например образцы, указанные в 3.2.1.17 и 3.2.1.18.

Берут две равные навески ГСО состава почв и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Результат анализа ГСО, полученный как среднее арифметическое значение и удовлетворяющий условию (1.4) для двух параллельных определений не должен отличаться от значений аттестованной характеристики более, чем на

$$\pm 0{,}84 \cdot \delta, \qquad (1.7)$$

где δ - границы суммарной относительной погрешности, %.

При превышении норматива измерения необходимо повторить, устранив причину неудовлетворительных результатов.

П р и м е ч а н и е - При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах, руководствуясь ГОСТ Р ИСО 5725-6. В этом случае нормативы, указанные в формулах (1.6) и (1.7), используют в качестве первоначальных пределов действия, которые затем корректируют по накопленным в лаборатории данным.

4 Измерение массовой доли элементов методом ААС с пламенной и электротермической атомизацией.

4.1 Диапазоны измерений и характеристики погрешности измерений приведены в п. 2.1.

4.2 Метод измерений

4.2.3 Метод ААС основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся в результате электротермической или пламенной атомизации раствора анализируемой пробы.

4.1.2 Раствор получают одним из указанных в п. 3.8 способов разложения.

4.1.3 Разложение проб при определении валового содержания элементов проводят методом микроволнового разложения; при определении подвижных форм элементов по ГОСТ 26483 (п. 4), ГОСТ 26204 (п. 4), ГОСТ 26206 (п.4), РД 52.18.289 (п.4, 5), при определении кислоторастворимых форм по РД 52.18.191-89 (п.4, 5).

4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.3.1 Средства измерений

4.3.1.1 Атомно-абсорбционный спектрометр любого типа с электротермической атомизацией, пламенной атомизацией, с набором спектральных ламп и устройством коррекции неселективного поглощения, например АА 6300 фирмы «Шимадзу».

4.3.1.2 – 4.3.1.18 по 3.2.1.2 – 3.2.1.18

4.3.2 Вспомогательные устройства - по 3.2.2.

4.3.3 Реактивы - по 3.2.3

4.4 Требования безопасности - по 3.3

4.5 Требования к квалификации оператора – по 3.4

4.6 Условия выполнения измерений – по 3.5

4.7 Отбор проб по 3.6

4.8 Подготовка к выполнению измерений

4.8.1 Приготовление растворов по п. 3.7.1

4.8.2 Подготовка прибора к измерениям

Подготовку прибора к измерениям осуществляют в точном соответствии с руководством по эксплуатации.

Рекомендуемые режимы работы прибора приведены в таблицах 7 и 8

Таблица 7 - Условия проведения измерений на атомно-абсорбционном спектрофотометре с атомизацией в пламени

Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Тип пламя	Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Тип пламя
Алюминий	309,3	0,2-0,5	C_2H_2/N_2O	Молибден	313,3	0,4-0,7	C_2H_2/N_2O
Барий	553,6	0,2-0,7	C_2H_2/N_2O	Мышьяк	193,7	0,7-2,0	C_2H_2/возд
Бериллий	234,9	0,2-0,7	C_2H_2/N_2O	Натрий	589,0	0,2-0,5	C_2H_2/возд
Ванадий	318,4	0,2-0,7	C_2H_2/N_2O	Никель	232,0	0,2	C_2H_2/возд
Вольфрам	255,1	0,2-0,7	C_2H_2/N_2O	Олово	286,3	0,4-1,3	C_2H_2/N_2O
Железо	248,3	0,2-0,5	C_2H_2/возд	Ртуть	253,7	0,5	-
Кадмий	226,8	0,4-1,3	C_2H_2/возд	Свинец	283,3	0,5	C_2H_2/возд
Кальций	422,7	0,2-0,5	C_2H_2/возд	Селен	196,0	0,7-2,0	C_2H_2/возд
Калий	766,5	1,0	C_2H_2/возд	Сурьма	217,6	0,4-0,7	C_2H_2/возд
Кобальт	240,7	0,2-0,4	C_2H_2/возд	Титан	365,3	0,4-0,7	C_2H_2/N_2O
Кремний	251,6	0,4-0,7	C_2H_2/N_2O	Теллур	214,3	0,2	C_2H_2/возд
Магний	285,2	0,5	C_2H_2/возд	Хром	357,9	0,2-0,5	C_2H_2/возд
Марганец	279,5	0,2-0,5	C_2H_2/возд	Цинк	213,9	0,2-0,5	C_2H_2/возд
Медь	324,8	0,2-0,5	C_2H_2/возд				

Таблица 8 - Условия проведения измерений на атомно-абсорбционном спектрофотометре с атомизацией в графитовой кювете (электротермическая атомизация)

Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Температура озоления, °С	Температура атомизации, °С
Al	309,3	0,7	800(1700)	2500
Ba	553,6	0,2-0,7	1200	2650
Be	234,9	0,2	900	2500
Ca	422,7	0,2-0,7	1100	2600
Cd	228,8	0,2	800	1400
Co	240,7	0,7	1100(1300)	2500
Cr	357,9	0,7	800	2500
Cu	324,8	0,7	1000(1200)	2400
Fe	248,3	0,7	1100	2400
Mn	279,5	0,2	1000	2300
Mo	313,3	0,2	1800	2650
Ni	232,0	0,2	1200(1400)	2600
Pb	283,3	0,2	1300	2200
Sb	217,6	0,2-0,7	1200	2400
Se	196,0	0,2-0,7	1100	2300
Si	251,6	0,2-0,7	1400	2650
Sn	286,3	0,2-0,7	1300	2500
Sr	460,7	0,7	1300	2650

Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, нм	Температура озоления, °С	Температура атомизации, °С
Te	214,3	0,2-0,7	1200	2300
Ti	364,3	0,2-0,7	1400	2650
Tl	276,8	0,2	900	1800
V	318,5	0,2	1100	2650
Zn	213,9	0,2	700	1600

4.8.3 Приготовление градуировочных растворов

Основные градуировочные растворы готовят из ГСО элементов с массовой концентрацией элементов 1 мг/см^3 (исходный раствор) последовательным разбавлением, согласно таблице 9.

Таблица 9 – Рекомендуемые основные градуировочные растворы

Массовая концентрация раствора, взятого для приготовления основного раствора, мг/дм^3	Объем раствора, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация полученного основного раствора, мг/дм^3
1000	5	50	100
1000	1	100	10
100	1	100	1,0
100	1	200	0,5
1,0	10	100	0,1
1,0	5	100	0,05
1,0	1	100	0,01
0,1	5	100	0,005
0,1	1	100	0,001

Рабочие градуировочные растворы готовят в мерных колбах последовательным разбавлением. Для разбавления применяют азотную кислоту с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3.

При приготовлении рабочих градуировочных растворов отбирают указанный объем основного раствора (таблица 10) в мерные колбы указанной вместимости, доводят до метки азотной кислотой с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3 и тщательно перемешивают (кроме растворов Sb, Sn). Азотную кислоту с концентрацией 0,1 моль/дм^3 используют как фоновый раствор при установлении градуировочной характеристики.

В мерные колбы с градуировочными растворами Sn и Sb добавляют концентрированную серную кислоту из расчета 0,5 см^3 на 10 см^3 градуировочного раствора.

Таблица 10 - Рекомендуемые рабочие градуировочные растворы для построения градуировочных характеристик в режиме электротермической атомизации

Элемент	Массовая концентрация основного раствора, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Вместимость колбы, см^3	Массовая концентрация элемента в рабочем градуировочном растворе, мг/дм^3
Al, Ba, Bi,	1,0	1,0	100	0,01
Ca, K, Mg, Na, Ti	1,0	5,0	100	0,05
Sb, V	1,0	10,0	100	0,10
Be, Fe, Co, Si, Mn,	0,1	2,0	100	0,002
Cu, Ni, Sn, Pb, Se,	0,5	1,0	100	0,005
Ag, Sr, Tl, Te, Cr,	1,0	1,0	100	0,01
Zn	1,0	5,0	100	0,05
Cd, As	0,01	1,0	50	0,0002
	0,01	2,5	50	0,0005
	0,1	1,0	100	0,001

Элемент	Массовая концентрация основного раствора, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Вместимость колбы, см^3	Массовая концентрация элемента в рабочем градуировочном растворе, мг/дм^3
	0,5	1,0	100	0,005
	1,0	1,0	100	0,01
Mo	0,5	1,0	100	0,005
	1,0	1,0	100	0,01
	1,0	5,0	100	0,05
	1,0	10,0	100	0,1

Т а б л и ц а 11 - Рекомендуемые рабочие градуировочные растворы для построения градуировочных характеристик в режиме пламенной атомизации

Элемент	Массовая концентрация основного раствора, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Вместимость колбы, см^3	Массовая концентрация элемента в рабочем градуировочном растворе, мг/дм^3
Al, Ba, Bi,	1,0	1,0	100	0,01
Ca, K, Mg, Na, Ti	1,0	5,0	100	0,05
Be, Fe, Si, Mo,	1,0	10,0	100	0,10
Sn, Se,	10,0	5,0	100	0,50
Ag, Sr, Te, V	10,0	10,0	100	1,0
Cd, Co, Mn, Cu,	0,5	1,0	100	0,005
Ni, Pb, Sb, Tl, Cr,	1,0	1,0	100	0,01
Zn	1,0	5,0	100	0,05
	1,0	10,0	100	0,1
	10,0	5,0	100	0,50

Относительная погрешность приготовления рабочих градуировочных растворов не превышает 5 %.

Срок хранения градуировочных растворов в холодном месте с массовой концентрацией:

от 100 до 10 мг/дм^3 не более 2 мес.;

от 10 до 1,0 мг/дм^3 не более 1 мес.;

от 1,0 до 0,1 мг/дм^3 не более 7 суток.

Растворы с массовой концентрацией менее 0,1 мг/дм^3 готовят непосредственно перед началом измерений и используют в течение одного рабочего дня.

4.8.4 Установление градуировочных характеристик по 3.7.4

4.9 Выполнение измерений

4.9.1 Два анализируемых (параллельные определения) и холостой растворы помещают в дозирующее устройство прибора и измеряют 2 раза выходной сигнал. Проверку приемлемости выходных сигналов прибора осуществляют по 3.7.4.2

4.9.2 По градуировочной характеристике находят значение массовой концентрации определяемого элемента в анализируемых и холостом растворах по среднему значению выходного сигнала.

Значение массовой концентрации элемента в растворах ($C_{м1}$, $C_{м2}$ - параллельные определения и C_x) при использовании программного обеспечения прибора указывается автоматически.

4.9.3 В том случае, если значение массовой концентрации в анализируемом растворе выходит за пределы градуировочной характеристики, раствор следует разбавить, но не более чем в 1000 раз, бидистиллированной водой, так чтобы массовая концентрация могла быть рассчитана по градуировочной характеристике.

4.10 Обработка результатов измерений

4.10.1 Массовую долю определяемого элемента в пробе для каждого определения ($X_i^{ААС}$), млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X^{ААС}_i = \frac{(C_{мi} - C_X) \cdot V \cdot k}{m}, \qquad (1.8)$$

где Смi - массовая концентрация элемента в анализируемом растворе (параллельные определения), найденная по градуировочной характеристике, мг/дм^3;

C_X - массовая концентрация элемента в холостом растворе, найденная по градуировочной характеристике, мг/дм^3;

V - объем анализируемого раствора, (V=100 см^3);

k – коэффициент разбавления (от 1 до 1000);

m - масса навески пробы, г.

4.10.2 Вычисляют среднее значение массовой доли элемента для двух определений ($\bar{X}^{ААС}$)

$$\bar{X}^{ААС} = \frac{X^{ААС}_1 + X^{ААС}_2}{2}, \qquad (1.9)$$

и проверяют приемлемость результатов параллельных определений по условию:

$$\frac{\left|X^{ААС}_1 - X^{ААС}_2\right|}{\bar{X}^{ААС}} \cdot 100 \le d, \qquad (1.10)$$

где d – норматив (предел повторяемости результатов параллельных определений); d=30 %.

При выполнении условия 1.10 $\bar{X}^{ААС}$ *округляют* и принимают в качестве результата измерений.

При превышении норматива измерения необходимо повторить, устранив причину неудовлетворительных результатов.

4.11 Представление результатов измерений

Результат измерений массовой доли элемента в пробе (образце) представляют в виде:

$\bar{X}^{ААС} \pm \Delta$, млн$^{-1}$, (P=0,95),

где Δ- границы суммарной абсолютной погрешности измерения массовой доли элемента, млн$^{-1}$, при доверительной вероятности P=0,95.

Значение Δ, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$\Delta = \frac{\bar{X}^{ААС}}{100} \cdot \delta \qquad (1.11)$$

где δ - границы суммарной относительной погрешности, %.

Дополнительно указывают какую форму элемента и в каком объекте определяли.

Например:

- Массовая доля кислоторасторимой формы железа в почве составляет: (65±20) млн$^{-1}$,

- Массовая доля (валовое содержание) марганца в пробе донного отложения составляет: (5,3·±1,6·)10^{3} млн$^{-1}$ или (0,53±0,16) %.

- Массовая доля водорастворимого кобальта в грунте составляет: (8,3±2,6) млн$^{-1}$.

4.12 Контроль точности измерений – по 3.12

5 Выполнение измерений ртути атомно-абсорбционным методом «холодного пара»

5.1 Диапазоны измерений и характеристики погрешности измерений приведены в п. 2.1.

5.2 Метод измерений

Метод измерений основан на восстановлении катионов ртути из минерализованной пробы раствором двухлористого олова в реакционном сосуде (метод «холодного пара») с последующим атомно-абсорбционным определением атомарной ртути в кювете атомно-абсорбционного прибора.

5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.3.1 Средства измерений

5.3.1.1 Атомно-абсорбционный спектрометр любого типа с гидридной приставкой или анализатор ртути РА-915+ с гидридной приставкой.

5.3.1.2 по 3.2.1.2.

5.3.1.3 по 3.2.1.3.

5.3.1.4 по 3.2.1.4.

5.3.1.5 по 3.2.1.5.

5.3.1.6 государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов ртути (например, ГСО 8004–93 - ГСО 8006–93);

5.3.1.7 по 3.2.1.17

5.3.1.8 по 3.2.1.18

5.3.2 Вспомогательные устройства - по 3.2.2.

5.3.3 Реактивы

5.3.3.1 Калий марганцевокислый, х.ч. по ГОСТ 20490.

5.3.3.2 Гидроксиламин гидрохлорид, ч.д.а. по ГОСТ 5456.

5.3.3.3 Олово двухлористое дигидрат, ч.д.а. по ТУ 6-09-5393

5.3.3.4 Кислота азотная ос.ч.-33-5 по ТУ-6-03-366.

5.3.3.5 Кислота серная ($d = 1{,}83$ г/см^3), ос.ч. по ГОСТ 14262.

5.4 Требования безопасности - по 3.3

5.5 Требования к квалификации оператора – по 3.4

5.6 Условия выполнения измерений – по 3.5

5.7 Отбор проб по 3.6

5.8 Подготовка к выполнению измерений

5.8.1 Приготовление раствора калия марганцевокислого ($KMnO_4$) с массовой концентрацией 50 г/дм^3

Навеску 5,0±0,1 г $KMnO_4$ растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят бидистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора в емкости из темного стекла с притертой пробкой не более 1 мес.

5.8.2 Приготовление раствора гидроксиламина гидрохлорида с массовой концентрацией 100 г/дм^3

Навеску 10 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят бидистиллированной водой до метки. Раствор готовят в день использования.

5.8.3 Приготовление раствора азотной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3

7 см^3 концентрированной азотной кислоты плотностью 1,41 г/см^3 растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе на 1000 см^3 и доводят объем до 1000 см^3.

5.8.4 Приготовление градуировочных растворов

Основные градуировочные растворы готовят из ГСО ртути с массовой концентрацией 1 мг/см^3 (исходный раствор) последовательным разбавлением, согласно таблице 12.

Таблица 12 – Рекомендуемые основные градуировочные растворы

Массовая концентрация раствора, взятого для приготовления, мг/дм^3	Объем раствора, см^3	Объем колбы, см^3	Массовая концентрация полученного основного раствора, мг/дм^3
1000	1	100	10
10	1	100	0,1
0,1	10	100	0,01

5.8.5 Рабочие градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 100 см^3 последовательным разбавлением. Для разбавления применяют азотную кислоту с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3.

При приготовлении рабочих градуировочных растворов отбирают указанный объем основного раствора (таблица 13) в мерные колбы указанной вместимости, доводят до метки азотной кислотой с массовой концентрацией 0,1 моль/дм^3 и тщательно перемешивают. Азотную кислоту с концентрацией 0,1 моль/дм^3 используют как фоновый раствор при установлении градуировочной характеристики

Таблица 13 – Рекомендуемые рабочие градуировочные растворы

Элемент	Массовая концентрация основного раствора, мг/дм^3	Объем основного раствора, см^3	Вместимость колбы, см^3	Массовая концентрация элемента в рабочем градуировочном растворе, мг/дм^3
Hg	0,01	1,0	100	0,0001
	0,01	2,0	100	0,0002
	0,01	5,0	100	0,0005
	0,1	2,5	100	0,0025
	0,1	5,0	100	0,005

5.8.6 Подготовка прибора к измерениям

Подготовку прибора к измерениям осуществляют в точном соответствии с руководством по эксплуатации.

5.8.7 Разложение почв для определения ртути методом «холодного пара»

В чистую коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску анализируемой пробы массой 0,25 г, добавляют 2,5 см^3 концентрированной азотной кислоты и 5 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор нагревают на водяной бане при температуре 95 °С в течение пяти минут. Охлаждают до комнатной температуры, добавляют 30 см^3 бидистиллированной воды, 15 см^3 калия марганцовокислого с массовой концентрацией 50 г/дм^3. Помещают на водяную баню и при температуре 95 °С нагревают в течение 30 мин. Затем охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу на 100 см^3 и доводят бидистиллированной водой до метки.

Перед выполнением измерений добавляют по каплям раствор гидроксиламина гидрохлорида по 5.8.2 до обесцвечивания раствора.

Холостой раствор готовят параллельно, используя все те же реактивы и материалы, что и для подготовки реальных проб.

5.9 Выполнение измерений

5.9.1 Два подготовленных раствора и холостой анализируют, измеряя 2 раза выходной сигнал. Проверку приемлемости выходных сигналов прибора осуществляют по 3.7.4.2

5.9.2 По градуировочной характеристике находят значение массовой концентрации ртути по среднему значению выходного сигнала.

Значение массовой концентрации ртути в пробах ($C_{м1}$, $C_{м2}$ - параллельные определения) при использовании программного обеспечения прибора указывается автоматически.

5.9.3 В том случае, если значение массовой концентрации в анализируемом растворе выходит за пределы градуировочной характеристики, раствор следует разбавить, но не более чем в 1000 раз, бидистиллированной водой, так чтобы массовая концентрация могла быть рассчитана по градуировочной характеристике.

5.10 Обработка результатов измерений

5.10.1 Массовую долю ртути в пробе для каждого определения (X_i^{Hg}), млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X_i^{\mathrm{Hg}} = \frac{(C_{\mathrm{M}i} - C_{\mathrm{X}}) \cdot V \cdot k}{m}, \qquad (1.13)$$

где Cмi - массовая концентрация ртути в анализируемом растворе (параллельные определения), найденная по градуировочной характеристике, мг/дм^3;

C_{X} - массовая концентрация ртути в холостой пробе, найденная по градуировочной характеристике, мг/дм^3;

V - объем анализируемого раствора, (V=100 см^3);

k – коэффициент разбавления (от 1 до 1000);

m - масса навески пробы, г.

5.10.2 Вычисляют среднее значение массовой доли ртути для двух определений ($\bar{X}^{\mathrm{Hg}}$)

$$\bar{X}^{\mathrm{Hg}} = \frac{X^{\mathrm{Hg}}{}_1 + X^{\mathrm{Hg}}{}_2}{2}, \qquad (1.14)$$

и проверяют приемлемость результатов параллельных определений по условию:

$$\frac{\left|X^{Hg}{}_1 - X^{Hg}{}_2\right|}{\bar{X}^{Hg}} \cdot 100 \le d \ , \qquad (1.15)$$

где d – норматив (предел повторяемости результатов параллельных определений); d=30 %.

При выполнении условия 1.15 $\bar{X}^{Hg}$ *округляют* и принимают в качестве результата измерений.

При превышении норматива измерения необходимо повторить, устранив причину неудовлетворительных результатов.

5.11 Представление результатов измерений

Результат измерений массовой доли ртути в пробе (образце) представляют в виде:

$\bar{X}^{Hg} \pm \Delta$, млн$^{-1}$, (P=0,95),

где Δ- границы суммарной абсолютной погрешности измерения массовой доли ртути, млн$^{-1}$, при доверительной вероятности P=0,95.

Значение Δ, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$\Delta = \frac{\bar{X}^{Hg}}{100} \cdot \delta \qquad (1.16)$$

где δ - границы суммарной относительной погрешности, %.

Например:

- Массовая доля ртути в почве составляет: (65±20) млн$^{-1}$, (5,3·±1,6·)10^{3} млн$^{-1}$ или (0,53±0,16) %.

5.12 Контроль точности измерений – по 3.12

Список нормативной документации

1. ГОСТ 8.315 – 97 ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения
2. ГОСТ 12.1.007—76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
3. ГОСТ 17.1.5.01—80 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб донных отложений водных объектов для анализа на загрязненность
4. ГОСТ 17.4.4.02—84 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа
5. ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
6. ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
7. ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия
8. ГОСТ 5180—84 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик
9. ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
10. ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
11. ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия
12. ГОСТ 9147—90 Посуда фарфоровая. Технические условия
13. ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
14. ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия
15. ГОСТ 12071—2000 Грунты. Отбор, упаковка, транспортирование и хранение образцов
16. ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
17. ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
18. ГОСТ 14919—83 Плитка электрическая. Общие технические условия
19. ГОСТ 17443—78 Воздух сжатый. Технические условия
20. ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцевокислый. Технические условия.
21. ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования
22. ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
23. ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
24. ГОСТ 26204—91 Почвы. Определение подвижных соединений фосфора и калия по методу Чирикова в модификации ЦИНАО
25. ГОСТ 26206—91 Почвы. Определение подвижных форм фосфора и калия по методу Кирсанова в модификации ЦИНАО
26. ГОСТ 26483—85 Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение ее pH по методу ЦИНАОГОСТ 28311—89 дозатор
27. ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
28. ГОСТ 28168—89 Почвы. Отбор проб
29. ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
30. ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (Правильность и прецизионность) методов и результатов измерений
31. ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

32. ТУ 9452-001-33189998-95 Дозаторы пипеточные. Технические условия
33. ТУ 9652-107-56142166-2004 Платформа нагревательная. Технические условия
34. ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные. Технические условия
35. ТУ-6-03-366-74 Кислота азотная. Технические условия
36. ТУ-6-02-570-75 Перекись водорода. Технические условия
37. ТУ-6-09-2502-77 Вода дистиллированная. Технические условия
38. ТУ 6-09-5393-88 Олово двухлористое дигидрат. Технические условия
39. РД 52.18.289—90 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли подвижных форм металлов (меди, цинка, свинца, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы атомно-абсорбционным анализом
40. ПНД Ф 12.1:2:2.2:3.2-02—03 Методические рекомендации. Отбор проб почв, грунтов, осадков биологических очистных сооружений,шламов промышленных сточных вод, донных отложений искусственно созданных водоемов, прудов накопителе и гидротехнических сооружений

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"
190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
Факс: 7 (812) 713-01-14, телефон: 7 (812) 251-76-01, e-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 242/47 -2008

Методика выполнения измерений массовой доли элементов в почвах, грунтах и донных отложениях методами атомно-эмиссионной и атомно-абсорбционной спектрометрии, разработанная ООО «Мониторинг» (190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр. 19) и регламентированная в документе М-МВИ-80-2008 (Санкт-Петербург, 2008, 27 стр., взамен М-МВИ-80-2001), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства - 4 июня 2008 г.

Руководитель
научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов
в области физико-химических измерений Л.А. Конопелько

005137

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Диапазон измерений массовой доли элементов

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, мг/кг (млн$^{-1}$)			
	Метод АЭС-ИСП	Метод ААС		Метод ААС-ХП
		ЭТ	Пламя	
Алюминий	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^4$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^4$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^4$	-
Бром	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-	-	-
Бор	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-	-	-
Бериллий	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,50 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-
Барий	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Ванадий	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-
Висмут	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-
Вольфрам	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-	-	-
Железо	от 0,5 до $5,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Кальций	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Калий	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Кадмий	от 0,05 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,05 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Кобальт	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Кремний	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Магний	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Марганец	от 0,5 до $5,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $5,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Медь	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Молибден	от 1,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Мышьяк	от 0,05 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,05 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Натрий	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Никель	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Олово	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Ртуть	-	-	-	от 0,005 до $1,0 \cdot 10^3$
Свинец	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Селен	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-
Серебро	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Стронций	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Сурьма	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Таллий	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Теллур	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $1,0 \cdot 10^3$	-
Титан	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Хром	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-
Цинк	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$	от 1,0 до $5,0 \cdot 10^3$	-

«-» означает, что метод не применяли для анализа элемента.

Границы суммарной относительной погрешности измерений (±δ при P=0,95) составляют ± 30 %*.

***Соответствуют относительной расширенной неопределенности измерений массовой доли элементов U=30 % при коэффициенте охвата, равном 2. Бюджет неопределенности измерений приведен в приложении к свидетельству.**

Нормирование характеристик погрешности проведено с учетом возможного разбавления анализируемого раствора, но не более чем в 1000 раз.

Нормативы:

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая характеристика	Норматив контроля
Проверка приемлемости выходных сигналов прибора	п. 3.7.4.2	Модуль разности двух выходных сигналов. отнесенный к среднему арифметическому, (при градуировке, анализе и контроле)	P=0.95 10 %
Проверка приемлемости градуировочных характеристик (ГХ)	п. 3.7.4.4	1. Модуль относительного отклонения среднего выходного сигнала для градуировочного раствора от соответствующей точки на градуировочной характеристике 2. Коэффициент корреляции	15 % 0,98
Контроль стабильности градуировочной характеристики	п.3.12.1	Модуль относительного отклонения результатов измерений массовой концентрации элемента в контрольном растворе от приписанного значения	15 %
Контроль сходимости результатов параллельных определений	п. 3.10.2	Размах результатов измерений массовой доли элементов для двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	P=0,95 30 %
Контроль правильности	п.3.12.2	Относительное отклонение результата измерения массовой доли элемента в ГСО от аттестованного значения	±0,84·δ

Руководитель сектора
аналитического контроля объектов окружающей среды Максакова И.Б.

Бюджет неопределенности измерений массовой доли элементов в почвах, грунтах и донных отложениях.

$$X_i = \frac{(C_{Mi} - C_X) \cdot V \cdot k}{m}, \qquad \bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}$$

По методу АЭ-ИСП

Таблица 1

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %															
				Al	B	Br	Be	Ba	V	Bi	Fe	Ca	K	Cd	Co	Si	Mg	Mn	Cu	Mo
				от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{4}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{4}$ мг/кг	от 0,05 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{5}$ мг/кг	от 0,5 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 1,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений $(\bar{X})$, u_x		A	8	9,7	9,6	7,5	9,2	9,3	7,9	7,8	7,8	8,5	7,9	7,9	9,7	8,4	7,9	7,2	9,2
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
3	Объём приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, (C_{Mi})	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94
		Построение градуировочной характеристики, u_{pg}	B	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{ng}	B	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				14,1	15,0	15,0	13,8	14,8	14,9	14,0	14,0	14,0	14,4	14,0	14,0	15,1	14,3	14,0	13,6	14,8
Расширенная неопределенность (k=2), U				28,1	30,2	30,1	27,6	29,6	29,7	28,0	27,9	27,9	28,7	28,0	28,0	30,2	28,6	28,0	27,3	29,6
Принято				**30**																

Продолжение таблицы 1

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %														
				As	Ag	Na	Ni	Sn	Pb	Se	Sr	Sb	Tl	Te	Ti	Cr	Zn	W
				от 0,05 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5до $5,0 \cdot 10^5$ мг/кг	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^5$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,50 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 5,0 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 0,5 до $1,0 \cdot 10^3$ мг/кг	от 5,0 до $1,0\ 10^3$ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений $(\overline{X})$, u_x		A	9,4	8	8,6	7,8	8,6	8,2	8,6	8,2	9,3	9,1	9,2	9,4	8,7	8,2	9,7
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
3	Объём приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, ($C_{мi}$)	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94
		Построение градуировочной характеристики, u_{pg}	B	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{ng}	B	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	B	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				14,9	14,1	14,4	14,0	14,4	14,2	14,4	14,2	14,9	14,7	14,8	14,9	14,5	14,2	15,1
Расширенная неопределенность (k=2), U				29,8	28,1	28,8	27,9	28,8	28,4	28,8	28,4	29,7	29,5	29,6	29,8	29,0	28,4	30,2
Принято				**30**														

Бюджет неопределенности измерений массовой доли ртути в почвах, грунтах и донных отложениях.

$$X_i^{Hg} = \frac{(C_{Mi} - C_X) \cdot V \cdot k}{m}, \qquad \bar{X}^{Hg} = \frac{X^{Hg}_1 + X^{Hg}_2}{2}$$

Таблица 2

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %
				Hg
				от 0,005 до $1{,}0 \cdot 10^3$ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений $(\bar{X}^{Hg})$, u_x		A	8,5
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,2
3	Объём приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, (C_{Mi})	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	3,2
		Построение градуировочной характеристики, u_{px}	B	6,4
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{nx}	B	1,18
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,5
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				13,1
Расширенная неопределенность (k=2), U				26,2
Принято				30

Бюджет неопределенности измерений массовой доли элементов в почвах, грунтах и донных отложениях.

$$X^{AAC}_i = \frac{(C_{Mi} - C_X)\cdot V \cdot k}{m}, \qquad \bar{X}^{AAC} = \frac{X^{AAC}_1 + X^{AAC}_2}{2}$$

По методу ААС ЭТ

Таблица 3

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %															
				Al	Be	V	Bi	Fe	Ca	Cd	Co	Si	Mg	Mn	Cu	Mo	As	Ag	Ni	Sn
				от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{4}$ мг/кг	от 0,5 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,05 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 1,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,05 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,5 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 0,50 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений $(\bar{X}^{AAC})$, u_x		A	8,5	7,3	9,4	7,6	7,4	8,2	7,6	7,4	9,7	8,9	7,3	7,2	9,7	9,8	8,2	7,8	8,7
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
3	Объем приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, (C_{Mi})	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94
		Построение градуировочной характеристики, u_{pg}	B	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{ng}	B	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,18
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				14,4	13,7	15,0	13,9	13,8	14,2	13,9	13,8	15,2	14,7	13,7	13,7	15,2	15,2	14,2	14,0	14,5
Расширенная неопределенность (k=2), U				28,8	27,5	29,9	27,8	27,6	28,5	27,8	27,6	30,3	29,3	27,5	27,4	30,3	30,4	28,5	28,0	29,1
Принято				**30**																

Продолжение таблицы 3

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %								
				Pb	Se	Sr	Sb	Tl	Te	Ti	Cr	Zn
				от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг	от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг	от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг	от 5,0 до 1,0·10³ мг/кг	от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг	от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг	от 5,0 до 5,0·10³ мг/кг	от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг	от 0,5 до 1,0·10³ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений $(\overline{X}^{AAC})$, u_x		A	8,1	8,6	7,8	9,3	8,7	8,8	9,5	8,4	9,1
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
3	Объём приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, (C_{Mi})	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	
		Построение градуировочной характеристики, u_{pg}	B	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{ng}	B	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				14,2	14,5	14,0	14,9	14,5	14,6	15,0	14,4	14,8
Расширенная неопределенность (k=2), U				28,4	28,9	28,0	29,8	29,1	29,2	30,0	28,7	29,6
Принято				**30**								

Бюджет неопределенности измерений массовой доли элементов в почвах, грунтах и донных отложениях.

$$X^{AAC}_i = \frac{(C_{Mi} - C_X) \cdot V \cdot k}{m}, \qquad \bar{X}^{AAC} = \frac{X^{AAC}_1 + X^{AAC}_2}{2}$$

По методу ААС с пламенной атомизацией

Таблица 4

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %														
				Al	Be	Ba	V	Bi	Fe	Ca	K	Cd	Co	Si	Mg	Mn	Cu	Mo
				от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{4}$ мг/кг	5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{4}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{5}$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 1,0 до $1{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{5}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{5}$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^{3}$ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений ($\bar{X}^{AAC}$), u_x		A	8,0	7,5	9,2	9,3	7,9	7,8	7,8	8,5	7,9	7,9	9,7	8,4	7,9	7,2	9,2
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
3	Объём приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, (C_{Mi})	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94
		Построение градуировочной характеристики, u_{pg}	B	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{ng}	B	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,18
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				14,1	13,9	14,8	14,9	14,1	14,0	14,0	14,4	14,1	14,1	15,2	14,4	14,1	13,7	14,8
Расширенная неопределенность (k=2), U				28,3	27,7	29,7	29,8	28,2	28,0	28,0	28,8	28,2	28,2	30,3	28,7	28,2	27,4	29,7
Принято				***30***														

Продолжение таблицы 4

№ п/п	Источник неопределенности		Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %													
				As	Ag	Na	Ni	Sn	Pb	Se	Sr	Sb	Tl	Te	Ti	Cr	Zn
				от 1,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^5$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 1,0 до $1{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $1{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 5,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг	от 1,0 до $5{,}0\cdot10^3$ мг/кг
1	Сходимость результатов измерений $(\overline{X}^{AAC})$, u_x		A	9,4	8	8,6	7,8	8,6	8,2	8,6	8,2	9,3	9,1	9,2	9,4	8,7	8,2
2	Масса навески анализируемой пробы, u_m		B	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
3	Объём приготавливаемого раствора анализируемой пробы, u_v		B	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
4	Измерение массовой концентрации ионов, ($C_{ми}$)	ГСО, используемые при градуировке, u_g	B	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
		Приготовление градуировочных растворов, u_p	B	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94	2,94
		Построение градуировочной характеристики, u_{pg}	B	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8	8,8
		Возможная нестабильность градуировочной характеристики, u_{ng}	B	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,18
5	Пробоподготовка, u_{pp}		B	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8	6,8
6	Разбавление, u_k		B	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Суммарная стандартная неопределенность, u_c				15,0	14,1	14,5	14,0	14,5	14,3	14,5	14,3	14,9	14,8	14,8	15,0	14,5	14,3
Расширенная неопределенность (k=2), U				29,9	28,3	29,0	28,0	29,0	28,5	29,0	28,5	29,8	29,6	29,7	29,9	29,1	28,5
Принято				**30**													

Оценка (неопределённости) типа А - получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
Оценка (неопределённости) типа В - получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

$$u_c = \sqrt{u_x^2 + u_m^2 + u_v^2 + u_g^2 + u_p^2 + u_{pg}^2 + u_{ng}^2 + u_{pp}^2 + u_k^2}$$

gost.e-ecolog.ru