ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
_____ А.А.Соловьянов
"27" июня 1998г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РТУТИ МЕТОДОМ БЕСПЛАМЕННОЙ АТОМНО - АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ (МЕТОД "ХОЛОДНОГО ПАРА") В ПИТЬЕВОЙ, ПРИРОДНОЙ И СТОЧНОЙ ВОДАХ И АТМОСФЕРНЫХ ОСАДКАХ

ПНД Ф 14.1:2:4.136-98

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
1998г.

gost.e-ecolog.ru

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МВИ

Настоящая методика выполнения измерений (МВИ) предназначена для определения массовой концентрации ртути в питьевой, природной, сточных водах и атмосферных осадках методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии (метод" холодного пара").

Диапазон измерений массовых концентраций: от 0,01 мкг/дм^3 до 10 мкг/дм^3.

2. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1

Наименование металла	Питьевые и природные воды		Сточные воды	
	Диапазон измерений, мкг/дм^3	Доверительные границы погрешности, ± δ, %	Диапазон измерений, мкг/дм^3	Доверительные границы погрешности, ± δ, %
ртуть	от 0,01 до 0,05 св. 0,05 до 10	30 15	от 0,01 до 0,1 св. 0,1 до 10	50 25

При внедрении методики в практику работы аналитической лаборатории необходимо провести проверку нормируемых характеристик погрешности МВИ на соответствие нормативам контроля по п. 11 "Оперативный контроль погрешности результатов измерений".

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на минерализации анализируемой пробы смесью азотной и серной кислот в присутствии перманганата и персульфата калия, восстановлении всех присутствующих форм ртути до металлической ртути путем обработки двухлористым оловом с последующим измерением величины оптического поглощения на характеристической длине волны 253,7 нм методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии, основанным на избирательном поглощении резонансного излучения нейтральными атомами ртути. Пары ртути получают методом "холодного пара".

Мешающие влияния паров воды устраняют, удаляя следы влаги из образовавшихся паров ртути путем их пропускания через осушитель перед тем, как они попадут в оптическую кювету.

4.СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И РЕАКТИВЫ

4.1 Средства измерений

4.1.1 Атомно-абсорбционный анализатор фирмы Thermo Jarrell Ash (Thermo Separation Products) типа MM3200 или любой другой атомно-абсорбционный анализатор (спектрофотометр), снабженный устройством для атомизации ртути, имеющий аналогичные технические и метрологические характеристики.

4.1.2 ГСО состава водных растворов ионов ртути с массовой концентрацией 0,1 г/дм^3.

4.1.3 Цилиндр мерный вместимостью 10, 25, 100 см^3 по ГОСТ 1770-74.

4.1.4 Колба мерная вместимостью 100, 250 см^3 по ГОСТ 1770-74.

4.1.5 Пипетки мерные на 1,0; 2,0 и 10 см^3 по ГОСТ 29169-91.

4.1.6 Дозаторы пипеточные ДП-1-200, ДП-1-1000 по ТУ 64-16-78-91.

4.1.7 Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-88.

4.1.8 Термометр типа Б от 0 до 100^{0}С 2-го класса точности по ГОСТ 28498-90.

4.1.9 Набор гирь Г-2-210 по ГОСТ 7328 -82Е.

4.2 Вспомогательные устройства

4.2.1 Стаканчик для взвешивания типа СВ-14/8 по ГОСТ 25336-82.

4.2.2 Колба КН-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336-82.

4.2.3 Пробирка мерная по ГОСТ 1770-74.

4.2.4 Фильтры бумажные обеззоленные, синяя лента по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.5 Плитка электрическая по ГОСТ 14919-83Е.

4.2.6 Шкаф сушильный общелабораторный по ТУ 50-239-84.

4.3 Реактивы

4.3.1 Олово двухлористое, 2-водное квалификации "ч.д.а.".

4.3.2 Калий марганцовокислый квалификации "х.ч." ГОСТ 20490-75.

4.3.3 Калий надсернокислый квалификации "х.ч." по ГОСТ 4146-74.

4.3.4 Кислота азотная квалификации "х.ч." по ГОСТ 11125-84 особой чистоты или по ГОСТ 4461-77,очищенная методом перегонки.

4.3.5 Кислота серная квалификации "х.ч." по ГОСТ 4204-77 или "о.с.ч." по ГОСТ 14262-78.

4.3.6 Гидроксиламина гидрохлорид квалификации "ч.д.а." по ГОСТ 5456-79.

4.3.7 Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионнообменной смолой по ГОСТ 20298-74).

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

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

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ 12.1.019.

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

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.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Измерения по методике должен выполнять инженер, прошедший соответствующий курс подготовки по работе на атомно-абсорбционном анализаторе . 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 следующие условия:

температура окружающего воздуха,	^{0}C	20 ± 5
атмосферное давление,	кПа	101± 4 ((760 ± 30) мм.рт.ст.)
относительная влажность воздуха,	%	65 ± 15
напряжение питания сети,	В	220 ± 22
частота питающей сети,	Гц	50 ± 1

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

8.1 Приготовление растворов

Для приготовления растворов используют бидистиллированную воду, не содержащую ртути в концентрации, обнаруживаемой по методике при холостом определении.

8.1.1 Приготовление раствора перманганата калия

Навеску перманганата калия (калия марганцовокислого) массой 5,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 5 дней.

8.1.2 Приготовление раствора персульфата калия

Навеску персульфата калия (калия надсернокислого) массой 5,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 5 дней.

8.1.3 Приготовление раствора восстановителя

Навеску двухлористого олова (хлорида олова (II)) 2-водного массой 2,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ отмеряют 30 $см^3$ бидистиллированной воды и наливают ее в ту же колбу. Затем осторожно приливают мерным цилиндром 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор доводят до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора не более двух недель.

8.1.4 Приготовление раствора гидроксиламина гидрохлорида

Навеску гидроксиламина гидрохлорида массой 20 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят бидистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день использования.

8.1.5 Приготовление раствора серной кислоты

В мерную колбу на 250 $см^3$ отмеряют 200 $см^3$ бидистиллированной воды. Затем мерным цилиндром отмеряют 25 $см^3$ концентрированной серной кислоты и переносят в ту же колбу. Раствор охлаждают и доводят до

метки бидистиллированной водой. Раствор тщательно перемешивают. Срок хранения раствора не более 6 месяцев.

8.1.6 В качестве основного раствора используют ГСО состава водных растворов ионов ртути с массовой концентрацией 0,1 г/дм^3.

8.1.7 Приготовление раствора ртути с массовой концентрацией 1,0 мг/дм^3

Пипеткой или дозатором отбирают 1,0 см^3 основного раствора ртути и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Затем доводят объём раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят в стеклянной колбе с притертой пробкой не более двух недель.

8.1.8 Приготовление раствора ртути с массовой концентрацией 0,01 мг/дм^3

Пипеткой или дозатором отбирают 1,0 см^3 раствора с массовой концентрацией ртути 1,0 мг/дм^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения раствора 7 дней.

8.1.9 Приготовление серии градуировочных растворов ртути для определения содержания ртути в питьевой воде

Растворы с массовой концентрацией ртути - 0,01; 0,05; 0,1 **мкг/дм^3** готовят следующим образом:

Пипеточным дозатором отбирают 0,1; 0,5; 1,0 см^3 раствора с массовой концентрацией ртути 0,01 мг/дм^3 в мерные колбы вместимостью 100 см^3. Затем туда же добавляют по 2,0 см^3 концентрированной азотной кислоты, растворы доводят до метки бидистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Параллельно готовят холостой градуировочный раствор:

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят раствор до метки бидистиллированной водой.

8.1.10 Приготовление серии градуировочных растворов ртути для определения содержания ртути в природных и сточных водах, атмосферных осадках

Растворы с массовой концентрацией ртути - 0,01; 0,05; 0,1; 1,0; 10,0 мкг/дм^3 готовят следующим образом:

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипеткой или дозатором отбирают 0,1; 0,5; 1,0; 10 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 0,01 мг/дм^3 и 1,0 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 1,0 мг/дм^3 . Растворы доводят до метки бидистиллированной водой. Тщательно перемешивают. Затем растворы переносят в колбы вместимостью 250 см^3, приливают по 15 см^3 раствора перманганата калия с массовой концентрацией 50 г/дм^3 и по 8,0 см^3 раствора персульфата калия с массовой концентрацией 50 г/дм^3. Туда же добавляют по 2,5 см^3 концентрированной азотной кислоты и по 5,0 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор тщательно перемешивают.

Параллельно готовят холостой градуировочный раствор:

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают бидистиллированную воду и доводят до метки. Затем содержимое колбы переносят в колбу вместимостью 250 см^3 и вносят в нее те же количества реагентов, что и в градуировочные растворы и доводят бидистиллированной водой до метки.

Все градуировочные растворы готовят в день использования.

8.2 Отбор и консервация проб.

Отбор проб воды должен производиться в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 “Вода. Общие требования к отбору проб».

Пробу отбирают в стеклянную бутыль вместимостью 0,5 дм^3 и консервируют, добавляя 5 см^3 концентрированной азотной кислоты. Если пробы воды не могут быть проанализированы сразу после отбора (в течении 6 ч), то кроме азотной кислоты добавляют 2 см^3 раствора марганцовокислого калия. Пробу хранят до анализа в холодильнике не более 24 часов после отбора.

8.3. Подготовка проб к анализу

8.3.1. Подготовка проб питьевой воды

Если проба не была законсервирована при отборе (п. 8.2), то пробу питьевой воды предварительно подкисляют концентрированной азотной кислотой из расчета 2,0 см^3 азотной кислоты на 100 см^3 анализируемой воды.

Для измерения концентрации ртути в питьевой воде отбирают аликвоту анализируемой пробы воды объемом, рекомендуемым в инструкции по эксплуатации прибора (10 - 25 $см^3$) и проводят измерения.

Холостую пробу готовят параллельно с остальными и она содержит те же реактивы и в тех же количествах, что и анализируемая проба.

Примечание:

В случае наличия в пробе питьевой воды значительного количества летучих органических соединений (что проявляется в появлении нехарактерного "размытого" спектрального сигнала) рекомендуется пробу подвергнуть ультрафиолетовому облучению по методу, аналогичному описанному в ИСО 5666/2-83, после чего измерение содержания ртути в пробе повторить.

8.3.2 Подготовка проб сточной, природной воды и атмосферных осадков

Пробы сточных и природных вод перед анализом подвергают предварительной обработке.

В чистую и сухую колбу или мерный стакан вместимостью 200 $см^3$ отмеряют 25 - 100 $см^3$ анализируемой воды и приливают 15 $см^3$ раствора перманганата калия с массовой концентрацией 50 $г/дм^3$ и 8,0 $см^3$ раствора персульфата калия с массовой концентрацией 50 $г/дм^3$ на каждые 100 $см^3$ анализируемой пробы воды. Туда же добавляют 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 5,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор анализируемой пробы воды тщательно перемешивают.

Приготовленные таким образом пробы закрывают и оставляют в вытяжном шкафу на 2 - 20 часов. Из отстоявшейся анализируемой пробы, перед измерением, дозатором, осторожно, из средней части пробы, отбирают аликвоту, необходимую для проведения анализа.

Для проведения измерений содержания ртути от пробы отбирают в пробирку или стакан аликвоту, необходимую для проведения анализа. Затем добавляют раствор гидроксиламина гидрохлорида объемом равным 0,025 части объема отобранной для анализа аликвоты пробы. При наличии в пробе твердых примесей, пробу отфильтровывают через фильтр "синяя лента" и затем проводят измерения фильтрата.

В случае применения анализаторов типа ММ3200 для проведения измерений в диапазоне определяемых концентраций 0,1 - 10 $мкг/дм^3$ от пробы отбирают в пробирку аликвоту пробы объемом 7,0 $см^3$. Затем дозатором отбирают раствор гидроксиламина гидрохлорида объемом 0,2 $см^3$ и приливают в эту же пробирку. В случае проведения измерений в диапазоне измерений от 0,01 до 0,1 $мкг/дм^3$ от пробы отбирают в стакан аликвоту 25 $см^3$, затем дозатором отбирают 0,6 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида и приливают в тот же стакан. Раствор тщательно перемешивают.

В случае применения других типов анализаторов ртути в аналитические пробирки дополнительно приливают раствор восстановителя. Об условиях добавления раствора восстановителя, барботажа пробы газом, а также, при необходимости, концентрирования проб перед измерением, смотрите, например, в ГОСТ Р 51212-98 и ЦВ 3.21.03-95 "А" "МВИ массовой концентрации ртути в питьевой, природной и сточной воде". При этом погрешность измерения ртути должна соответствовать приписанным значениям в применяемой методике.

Холостую пробу готовят одновременно с остальными и в нее добавляют те же реактивы и в тех же количествах, что и в анализируемую пробу, только вместо аликвоты анализируемой пробы используют такой же объем бидистиллированной воды.

8.3.3 Подготовка к работе атомно-абсорбционного анализатора (спектрофотометра)

Настройка атомно-абсорбционного анализатора (спектрофотометра) осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

В случае применения анализаторов типа ММ3200, в реакционные сосуды анализатора заливают требуемое количество раствора восстановителя (п. 8.1.3) и серной кислоты (п. 8.1.5) и устанавливают необходимый расход инертного газа.

8.3.4 Определение градуировочной зависимости

Для определения и подтверждения линейности градуировочных характеристик измеряют интенсивности аналитического сигнала ртути от ее концентрации в градуировочных растворах с учетом аналитического сигнала от холостой пробы. При этом для питьевой воды используют градуировочные растворы, приготовленные по п. 8.1.9, а для природной и сточных вод используют не менее трех градуировочных растворов по п. 8.1.10. Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят один раз в месяц. Норматив контроля составляет 0,7 δ, % (таблица 1). При смене реактивов, длительном перерыве работы прибора, отрицательных результатах контроля градуировочных характеристик осуществляется повторное определение градуировочных зависимостей.

8.3.5 Контроль качества реактивов

Для контроля качества применяемых реактивов, перед серией измерений анализируемых проб вод, проводят измерения холостых проб, приготовленных по п. 8.3.1 или 8.3.2. В случае, если аналитический сигнал от этих холостых проб имеет значительную величину по сравнению с аналитическим сигналом от измеряемой ртути в анализируемых пробах, то проводят замену или очистку применяемых реактивов.

9. ИЗМЕРЕНИЕ ВЕЛИЧИНЫ ОПТИЧЕСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ

После соответствующей подготовки пробы процедура проведения анализа ртути осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

При использовании анализаторов типа ММ3200 подготовленные пробы отбираются заборником анализатора и поступают в реакционную ячейку, где смешиваются с восстановителем, что приводит к образованию атомарной ртути. Пары ртути выносятся газовым носителем через измерительную ячейку. Аналитический сигнал измеряется и обрабатывается при помощи программного обеспечения прибора (например, Hg Talk).

10. ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Расчет содержания ртути в анализируемой пробе осуществляют путем сравнения измеренной интенсивности аналитического сигнала с данными полученными по п. 8.5 градуировочных зависимостей, в том числе с помощью программного обеспечения прибора.

10.2 Форма представления результатов измерений

Результаты измерений содержания ртути в анализируемых **пробах** представляются в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3,$$

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

Δ - абсолютная погрешность определения массовой концентрации ртути, мкг/дм^3, при доверительной вероятности P=0,95. Значение Δ рассчитывается по формуле: $\Delta = (X * \delta) / 100$

где δ - доверительные границы погрешности определения ртути, табл. 1.

11. ОПЕРАТИВНЫЙ КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля воспроизводимости являются реальные пробы вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений по методике. Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения измерений.

Расхождение между полученными результатами измерений (X_1 и X_2) не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости (D):

$$200 * | X_1 - X_2 | / (X_1 + X_2) \leq D$$

Значения величины D приведены в таблице 2.

Оперативный контроль воспроизводимости производится через каждые 20 проб. При превышении указанного норматива D, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

11.2 Оперативный контроль погрешности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений осуществляется методом добавок с использованием проб питьевой, природной и сточных вод.

В качестве добавок используют градуировочные растворы, приготовленные по п.п. 8.1.9. и 8.1.10. Величина добавки рассчитывается таким образом, чтобы полученные после введения добавки значения массовой концентрации ртути в пробе воды (Хк) удовлетворяло условию:

$$Хк = (1,5 - 3)\ X,$$

где: X - измеренное значение массовой концентрации ртути в пробе до введения добавки.

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

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$| Хк - X - C | \leq K$$

где: K - норматив оперативного контроля точности; C - значение массовой концентрации ртути в добавке.

Значения норматива оперативного контроля точности рассчитываются по формуле:

$$K = 0,84\sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2}\ ,\ мкг/дм^3$$

где Δ_1 и Δ_2 - абсолютные погрешности определения массовой концентрации ртути в пробе с добавкой и в пробе без добавки. Значения Δ_1 и Δ_2 рассчитываются по формулам: $\Delta_1 = \delta_1 * Хк / 100$; $\Delta_2 = \delta_2 * X / 100$

где δ_1 и δ_2 - доверительные границы погрешности соответствующие содержанию ртути в пробе с добавкой и в пробе без добавки (таблица 1).

Таблица 2

Диапазон измерения, мкг/дм^3	Питьевая и природная вода, D, %	Диапазон измерения, мкг/дм^3	Сточные воды, D, %
от 0,01 до 0,05	40	от 0,01 до 0,1	20
св. 0,05 до 10	20	св. 0,1 до 10	20

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 № 070017

о метрологической аттестации
методики выполнения измерений массовой концентрации ртути методом беспламенной атомной абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара») в питьевой, природной, сточных водах и атмосферных осадках
ЦВ 3.21.06-96 «А»

Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути методом беспламенной атомной абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара») в питьевой, природной, сточных водах и атмосферных осадках,

разработанная Центром исследования и контроля воды,

регламентированная в документе:

«Методика выполнения измерений массовой концентрации ртути методом беспламенной атомной абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара») в питьевой, природной, сточных водах и атмосферных осадках» (ЦВ 3.21.06-96 «А»)

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

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:

Область применения	Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95) ±δ, %
питьевая и природная вода	от 0,01 до 0,05	30
	св. 0,05 до 10	15
сточные воды	от 0,01 до 0,1	50
	св.0,1 до 10	25

Свидетельство выдано 7 августа 1997 года

Директор Н.П. Ушаков

Главный метролог С.А. Виноградов

193015, Санкт-Петербург, ул. Кавалергардская, 42
Телефон: (812) 323 0025
Факс: (812) 323 0479
E-mail: gost.e-ecolog.ru
Internet: gost.e-ecolog.ru



УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер ГУП ЦИКВ
_____ Г.Ф. Глущенкова
06 2004 г.

ИЗМЕНЕНИЯ

к методике выполнения измерений массовой концентрации ртути методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии (метод «холодного пара») в питьевой, природной и сточной водах и атмосферных осадках

ПНДФ 14.1:2:4.136-98

В разделе **2** исключить последний абзац.

Название раздела **11** заменить на следующее:

11 Контроль качества результатов измерений.

Пункт **11.1** изложить в следующей редакции:

11.1 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 8.3.1, 8.3.2 и разделу 9. При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения стандартного отклонения промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», $\sigma_{I(T, O, E)}$, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Питьевая и природная вода	
Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»,), $\sigma_{I(T, O, E)}$, %
от 0,01 до 0,05 св. 0,05 до 10	14 7
Сточные воды	
Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»,), $\sigma_{I(T, O, E)}$, %
от 0,01 до 0,1 св. 0,1 до 10	14 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.

Первый абзац пункта **11.2** заменить на следующее:

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

Пункт **11.2** дополнить следующим:

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: $\sigma_R = 1{,}2 \cdot \sigma_{I(T,O,E)}$. 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.

Заместитель директора — **С.А. Виноградов**

Руководитель группы ЛСРМА — **Е.Л. Пролетарская**

Начальник ОМ — **Л.С. Котова**

gost.e-ecolog.ru