

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ  
(ФГУП ВНИИМС)  
ФЕДЕРАЛЬНОГО АГЕНТСТВА ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ  
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора  
ФГУП ВНИИМС



Л.К. Исаев

10 июня 2004 г.

РЕКОМЕНДАЦИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ОБЩЕЙ РТУТИ  
В ПОЧВЕ.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ АТОМНО-  
АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ

МИ 2878-2004

Москва  
2004

## ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Научно-производственным объединением «Метрология» (НПО «Метрология», г. Казань) и Казанским государственным технологическим университетом

ИСПОЛНИТЕЛИ: Рыжов В.В., Рыжова Е.В., Мухутдинов А.А.

2. УТВЕРЖДЕНА ФГУП ВНИИМС 07 июня 2004 г.
3. ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ФГУП ВНИИМС 21 июня 2004 г.
4. ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения НПО «Метрология»

## РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений. Массовая концентрация общей ртути в почве. Методика выполнения измерений атомно-абсорбционным методом	МИ 2878-2004
---	--------------

## 1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящая рекомендация распространяется на массовую концентрацию общей ртути в диапазоне от 0,01 до 1,0 мкг/дм<sup>3</sup> в почве и устанавливает методику выполнения ее измерений атомно-абсорбционным методом («методом холодного пара») в подготовленных пробах почвы, а также основные требования к подготовке и хранению проб почвы.

1.2. Настоящую рекомендацию применяют в тех случаях, когда она не противоречит действующим вышестоящим нормативным документам (ГОСТ, ГОСТ Р, СанПиН).

## 2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на окислении ртути при минерализации анализируемой пробы до двухвалентного состояния, восстановления всех присутствующих форм ртути хлоридом олова до металлической, измерениях оптической плотности атомных паров ртути на резонансной длине волны 253,7 нм с последующим расчетом результатов измерений массовой концентрации общей ртути.

## 3. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая рекомендация обеспечивает измерения массовой концентрации общей ртути в почве с доверительными абсолютными погрешностями измерений (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ), не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Массовая концентрация общей ртути, мкг/дм <sup>3</sup>	Доверительная абсолютная погрешность измерений ( $\pm \Delta$ ), мкг/дм <sup>3</sup> ( $P = 0,95$ )
0,01	0,007
0,03	0,010
0,04	0,008
0,05	0,009

Массовая концентрация общей ртути, мкг/дм <sup>3</sup>	Доверительная абсолютная погрешность измерений ( $\pm \Delta$ ), мкг/дм <sup>3</sup> ( $P = 0,95$ )
0,1	0,014
0,3	0,021
0,5	0,025
0,7	0,029
1,0	0,062

#### 4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы:

- анализатор ртути типа «Юлия-5К» или «Юлия-5КМ» по ТУ 414217-001-12974799;
- межгосударственный стандартный образец состава раствора ионов ртути с массовой концентрацией ртути  $(1,0 \pm 0,01)$  мкг/см<sup>3</sup> (МСО 0028:1998);
- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- пипетки градуированные вместимостью 4-2-1, 4-2-2, 7-2-5 по ГОСТ 29227 (ИСО 835-1);
- колбы наливные мерные вместимостью 1-25-2, 1-50-2, 1-250-2, 1-1000-2 или 2-25-2, 2-50-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- термометр ртутный стеклянный от 0 до 100 °С 2 класса точности с ценой деления не более 2 °С по ГОСТ 28498;
- цилиндры мерные 2-100 по ГОСТ 1770;
- конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;
- стаканы термостойкие В-1-150ТС по ГОСТ 25336;
- фильтры с порами 0,45 мкм;
- бумагу индикаторную для контроля pH;
- плитку электрическую с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- бутылки из стекла с притертыми или винтовыми пробками вместимостью (500 – 1000) см<sup>3</sup> для отбора и хранения проб;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду бидистиллированную;
- кислоту азотную концентрированную, х.ч. по ГОСТ 4461 или о.с.ч. по ГОСТ 11125;

- кислоту соляную концентрированную, х.ч. по ГОСТ 3118 или о.с.ч. по ГОСТ 14261;
- калий двухромовокислый, х.ч. по ГОСТ 4220;
- марганцовокислый калий, ч.д.а. по ГОСТ 20490.

4.2. Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих указанным в п. 4.1 настоящей рекомендации.

## 5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. К выполнению работ по приготовлению химических реактивов допускают лиц, прошедших инструктаж о мерах предосторожности при работе с конкретными вредными веществами и их соединениями, указанными в разделе 4.

5.2. При выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами согласно ГОСТ 12.4.009.

5.3. Помещение, в котором проводят анализы, имеет вытяжную вентиляцию, соответствует требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и имеет средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009.

5.4. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не превышает пределов допускаемых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

5.5. Поток ультрафиолетового излучения ртутной лампы анализатора не должен попадать в глаза.

5.6. Электробезопасность при работе с электроустановками удовлетворяет требованиям ГОСТ 12.1.019.

## 6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению аналитических работ и обработке результатов измерений допускают лиц, имеющих квалификацию инженера или химика с высшим образованием, знающих основы спектрального анализа и оптических измерений, имеющих опыт работы со спектрометрическими средствами измерений, прошедших инструктаж по технике безопасности и изучивших руководство по эксплуатации анализатора и настоящую рекомендацию.

## 7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С      от + 10 до + 35;
- атмосферное давление, мм рт.ст.              от 630 до 800;

- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

Электропитание анализатора осуществляют от однофазной сети с:

- частотой переменного тока, Гц  $50 \pm 1$ ;
- напряжением, В  $220^{+22}_{-33}$

через блок питания БПС 12-2 напряжением 12 В или от аккумулятора (дополнительно для анализатора ртути «Юлия-5КМ»)

- напряжением, В 12;
- емкостью, А/ч, не менее 4,0.

## 8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

8.1. Пробы воды объемом не менее 300 см<sup>3</sup> отбирают по ГОСТ Р 51593 в стеклянную посуду. В каждую отобранную пробу воды добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 1 см<sup>3</sup> на 300 см<sup>3</sup> воды, доводя рН проб воды до значения меньшего или равного 1.

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

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

8.2. Все реактивы, используемые при приготовлении проб воды и для их консервации для хранения, имеют марку х.ч. или ос.ч. и проходят проверку на отсутствие в них ртути. Допускается использование реактивов более низкой квалификации после их тщательной проверки на содержание ртути.

8.3. Стеклянную посуду, используемую для приготовления и хранения проб, а также при анализе проб, обрабатывают ртутьсодержащими растворами («тренируют») и тщательно промывают.

8.4. Подготовленные для анализа пробы свободны от механических включений (частички, муť, коллоидные образования), а также от значительных концентраций йодидов, бромидов, тиосульфатов, селенидов, теллуридов, солей благородных металлов. При этом концентрации считают значительными, если они превышают ожидаемую или известную концентрацию ртути в растворе в 100 и более раз.

## 9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

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

9.2. Подготовка анализатора ртути проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

### 9.3. Приготовление растворов

9.3.1. Все растворы готовят при температуре  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ . После разбавления растворы тщательно перемешивают и отстаивают в течение 4 – 6 часов.

9.3.2. Раствор для разбавления градуировочных растворов готовят, отбирая  $5\text{ см}^3$  раствора двуххромовокислого калия с массовой концентрацией  $40\text{ г/дм}^3$  пипеткой вместимостью  $10\text{ м}^3$  в мерную колбу вместимостью  $1000\text{ м}^3$ , добавляют  $50\text{ см}^3$  концентрированной азотной кислоты мерным цилиндром вместимостью  $100\text{ см}^3$  и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора: не более трех месяцев.

9.3.3. Раствор двуххромовокислого калия с массовой концентрацией  $40\text{ г/дм}^3$  готовят в следующей последовательности: взвешивают  $10\text{ г}$  двуххромовокислого калия и растворяют в  $50\text{ см}^3$  дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью  $250\text{ см}^3$  и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в емкости из темного стекла с притертой пробкой. Срок хранения раствора: не более одного месяца.

9.3.4. Первый исходный раствор с массовой концентрацией ртути  $100\text{ мкг/см}^3$  готовят из раствора с концентрацией  $1000\text{ мкг/см}^3$  (МСО 0028:1998).

Вскрывают одну ампулу, отбирая  $5\text{ см}^3$  раствора сухой пипеткой вместимостью  $5\text{ см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $50\text{ см}^3$  и доводят до метки раствором для разбавления. Оставшийся в ампуле раствор МСО хранению не подлежит. Приготовленный раствор хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой. Срок хранения раствора: не более 6 месяцев (в холодильнике).

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

9.3.6. Третий исходный раствор с массовой концентрацией ртути  $0,1\text{ мкг/см}^3$  готовят из второго исходного раствора ( $1,0\text{ мкг/см}^3$ ), отбирая  $5\text{ см}^3$  раствора пипеткой вместимостью  $5\text{ см}^3$  в

мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором для разбавления. Срок хранения раствора: не более 6 месяцев (в холодильнике).

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

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

9.3.9. Третий градуировочный раствор с массовой концентрацией ртути 0,00005 мкг/дм<sup>3</sup> (0,05 мкг/дм<sup>3</sup>) готовят из второго градуировочного раствора (0,5 мкг/дм<sup>3</sup>), отбирая 5 см<sup>3</sup> пипеткой вместимостью 5 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором для разбавления. Раствор готовят в день использования.

9.3.10. Для приготовления раствора хлорида олова взвешивают 1,5 г соли, растворяют в (3 – 5) см<sup>3</sup> дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 25 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты пипеткой вместимостью 5 см<sup>3</sup> и затем доводят дистиллированной водой до метки. Продувают потоком воздуха от микрокомпрессора через насадку с пористым стеклом 10 – 15 минут до нулевого значения. Если после длительной продувки на табло не устанавливается нулевое значение, что свидетельствует о загрязнении реактива ртутью, его заменяют. Срок хранения раствора: не более одной недели.

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

9.3.11. Раствор перманганата калия готовят путем взвешивания и последующего растворения 5 г соли в 95 см<sup>3</sup> дистиллированной воды с добавлением 0,5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup>. Раствор хранят в темной склянке в холодильнике не более года. В пробирке раствор меняют через 3 – 4 дня работы. Образование бурого налета оксида марганца свидетельствует о непригодности раствора.

9.3.12. Силикагель, подкрашенный хлоридом кобальта или азотнокислым кобальтом, готовят следующим образом: в насыщенный раствор соли кобальта помещают предварительно слегка измельченный силикагель и выдерживают его 3 – 4 часа до появления



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

#### 9.4. Проведение минерализации

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

#### 9.5. Градуировка анализатора

9.5.1. Градуировку анализатора ртути проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации. Поскольку градуировочный график является линейным в каждом из поддиапазонов (от 0,01 до 0,1 мкг/дм<sup>3</sup> и от 0,1 до 1,0 мкг/дм<sup>3</sup>), и он заложен в память микроЭВМ анализатора ртути, градуировку проводят по одной концентрации ртути.

9.5.2. Подготавливают градуировочный раствор известной концентрации. Рекомендуется градуировать анализатор по раствору с массовой концентрацией ртути 0,5 мкг/дм<sup>3</sup> (для питьевой воды) и 0,05 мкг/дм<sup>3</sup> (для природных и очищенных сточных вод). При работе с большими концентрациями происходит накопление ртути в измерительном тракте, что приводит к необходимости его дополнительной очистки.

9.5.3. Наливают 2 см<sup>3</sup> градуировочного раствора в пробирку, используя пипетку вместимостью 2 см<sup>3</sup>, приливают 0,3 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова, используя пипетку вместимостью 1 см<sup>3</sup>, вставляют в нее барботер, плотно закрывают пробирку. Включают микрокомпрессор анализатора. После того как цифры перестанут возрастать и достигнут максимального значения, ручкой «калибровка» выставляют на табло значение введенной концентрации, помещают барботер из пробирки с пробой в пустую пробирку.

9.5.4. После автоматического отключения компрессора повторяют измерения и убеждаются, что цифра на табло совпадает со значением введенной массовой концентрации ртути в пределах  $(0,50 \pm 0,05)$  мкг/дм<sup>3</sup> или  $(0,050 \pm 0,005)$  мкг/дм<sup>3</sup>.

## 10. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ И ОБРАБОТКА ИХ РЕЗУЛЬТАТОВ

### 10.1. Проверка на неселективное поглощение

Отбирают  $2 \text{ см}^3$  пробы в пробирку пипеткой вместимостью  $2 \text{ см}^3$ , вставляют в пробирку барботер, включают микрокомпрессор анализатора и проверяют наличие в пробе летучих органических веществ, поглощающих излучение с длиной волны, близкой к длине волны ртути (наличие таких веществ определяют по изменению показаний цифрового табло). Пробу продувают до установления на цифровом табло нулевого значения. Если после длительной продувки на табло не устанавливается нулевое значение, считают полученное значение холостой пробой и вычитают его из значения массовой концентрации ртути в пробе.

10.2. При присутствии поверхностно-активных примесей проба воды недопустимо сильно пенится. Для подавления вспенивания добавляют в пробу каплю силиконового масла или нелетучего спирта (амилового, гексилового).

10.3. Добавляют к анализируемой пробе  $0,3 \text{ см}^3$  раствора хлорида олова пипеткой вместимостью  $1 \text{ см}^3$  и определяют значение массовой концентрации ртути в пробе.

10.4. Проводят два параллельных измерения массовой концентрации ртути в пробе  $X_1$  и  $X_2$ . Результат измерений массовой концентрации ртути  $\bar{X}$  рассчитывают по формуле

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

Значение  $\bar{X}$  признают достоверным, если различие между  $X_1$  и  $X_2$  не превышает значения норматива оперативного контроля повторяемости  $r$ , приведенного в таблице 2.

Таблица 2

Массовая концентрация обшей ртути, $\text{мкг/дм}^3$	Норматив оперативного контроля повторяемости $r$ , $\text{мкг/дм}^3$ ( $P = 0,95; n = 2$ )	Норматив оперативного контроля воспроизводимости $R$ , $\text{мкг/дм}^3$ ( $P = 0,95; m = 2$ )	Норматив оперативного контроля точности $K$ , $\text{мкг/дм}^3$ ( $P = 0,95$ )
0,01	0,005	0,010	0,007
0,03	0,008	0,013	0,010
0,04	0,009	0,015	0,008
0,05	0,010	0,017	0,009
0,1	0,017	0,023	0,014
0,3	0,022	0,027	0,021

0,5	0,024	0,030	0,025
0,7	0,036	0,045	0,029
1,0	0,061	0,077	0,062

10.5. Если необходима оценка правильности и прецизионности метода и результатов измерений, ее осуществляют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725.

## 11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений  $\bar{X}$  массовой концентрации ртути в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод представляют в виде  $\bar{X} \pm \Delta$ , мкг/дм<sup>3</sup>.

## 12. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Контроль качества результатов измерений массовой концентрации ртути в пробах воды проводят в соответствии с МИ 2335 по следующим показателям: повторяемость, воспроизводимость и точность результатов измерений.

12.2. Оперативный контроль повторяемости результатов параллельных измерений

В качестве образцов для контроля используют реальные пробы воды, отобранные в соответствии с ГОСТ Р 51593. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики в одинаковых условиях, получая два результата параллельных измерений  $X_1$  и  $X_2$  для каждой пробы, которые не отличаются друг от друга на величину норматива оперативного контроля повторяемости  $r$ :

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

Значения  $r$  приведены в таблице 2.

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

12.3. Оперативный контроль воспроизводимости результатов измерений

Пробы воды отбирают по ГОСТ 24481 объемом, равным удвоенному объему, необходимому для проведения контроля. Отобранную пробу воды делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата измерений в разных лабораториях или в разное время в одной, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. Два результата измерений не отличаются друг от друга более, чем на зна-

чение норматива оперативного контроля воспроизводимости  $R$ :

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

Значения  $R$  приведены в таблице 2.

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

#### 12.4. Оперативный контроль точности результатов измерений

Образцами для оперативного контроля точности результатов измерений являются стандартные образцы, аттестованные по процедуре приготовления и адекватные анализируемым пробам. Образцы анализируют в точном соответствии с прописью методики. Полученный результат измерений массовой концентрации ртути в исследуемой пробе не отличается от значения массовой концентрации ртути в контрольном образце для контроля  $X_0$  более, чем на значение норматива оперативного контроля  $K$ :

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

Значения  $K$  приведены в таблице 2.

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

### 13. КОНТРОЛЬ СТАБИЛЬНОСТИ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ АНАЛИЗАТОРА

13.1. Стабильность градуировочной характеристики контролируют не более, чем через каждые 15 анализируемых проб воды. Для контроля стабильности градуировочной характеристики измеряют массовые концентрации ртути в градуировочных растворах 0,2 и 0,8 мкг/дм<sup>3</sup> для диапазона измерений от 0,1 до 1,0 мкг/дм<sup>3</sup> и 0,02 и 0,08 мкг/дм<sup>3</sup> для диапазона измерений от 0,01 до 0,1 мкг/дм<sup>3</sup>.

13.2. Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется соотношение

$$|\bar{X} - X_0| \leq \Delta,$$

где  $X_0$  – действительное значение массовой концентрации ртути в градуировочном растворе (мкг/дм<sup>3</sup>);

$\bar{X}$  – измеренное значение массовой концентрации ртути в этом же градуировочном растворе (мкг/дм<sup>3</sup>);

$\Delta$  – доверительная абсолютная погрешность результата измерений массовой концентрации ртути  $\bar{X}$  (мкг/дм<sup>3</sup>).

В случае невыполнения указанного соотношения проводят повторную градуировку анализатора.

## БИБЛИОГРАФИЯ

1. ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.
2. ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.
3. ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.
4. ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
5. ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
6. ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.
7. ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.
8. ГОСТ 4461-77 Кислота азотная. Технические условия.
9. ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.
10. ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия.
11. ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.
12. ГОСТ 4220-75 Калий двуххромовокислый. Технические условия.
13. ТУ 6-09-8393-88 Олово двуххлористое 2-водное. Технические условия.
14. ГОСТ 20490-75 Калий марганцовокислый. Технические условия.
15. ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.
16. ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
17. ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
18. ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
19. ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб.
20. МИ 2335-95 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
21. МИ 2336-2002 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки.
22. ТУ 414217-001-12974799-03 Анализатор ртути типа

«Юлия-5КМ». Технические условия.

23. ТУ 414217-001-12974799-00 Анализатор ртути типа «Юлия-5К». Технические условия.

24. ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.