

Федеральное государственное бюджетное учреждение
«Гидрохимический институт»
(ФГБУ «ГХИ»)

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ «ГХИ»

А.М. Никаноров
« 25 » ноября 2013 Г.



ОТЧЕТ

о выполнении работ по проекту «Интеркалибрация методов анализа определяемых веществ, включённых в гармонизированную программу гидрохимического мониторинга бассейна реки Селенга (Российская Федерация)» Ref.(GPSO/Lake Baikal/039/01.July 2013_GHI

Ростов-на-Дону 2013

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель работы, чл.-корр. РАН	А.М. Никаноров
Ответственный исполнитель: Зам.директора, канд. хим. наук	Л.И.Минина
Исполнители:	
Зав.лабораторией, канд. хим. наук	А.А.Назарова
Зав.лабораторией, канд. хим. наук	Л.В.Боева
Вед. науч. сотр., канд. хим. наук	Т.О.Гончарова
Ст. науч. сотр.	Н.С.Тамбиева
Научный сотрудник	Ю.А.Андреев
Мл. науч. сотр.	Т.С.Евдокимова
Мл. науч. сотр.	Е.Л.Селютина
Мл. науч. сотр.	Михайленко О.А.

Содержание

1 Организация и проведение МСИ методик измерений	4
2 Организовать и провести стажировку монгольских специалистов по методическим вопросам анализа поверхностных вод и контролю качества измерений	10
Приложение А Программа межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) по измерению концентраций показателей состава воды, выполняемая в рамках контракта GPSO/Lake Baikal/039/01.July 2013_GHI	Ошибка! Закладка не определена.
Приложение Б Схема приготовления контрольных образцов и представления результатов определения ионов меди, свинца и цинка	14
Приложение В Программа семинара на тему «Методические вопросы анализа поверхностных вод и контроль качества измерений»	15
Приложение Г Список нормативных документов, переданных монгольским специалистам	17
Приложение Д Результаты анализов контрольных образцов российской лабораторией	18
Приложение Е Результаты анализов контрольных образцов монгольской лабораторией	19

Введение

Для получения достоверной и сопоставимой информации о составе природных вод и содержании в них загрязняющих веществ необходимо выполнение многих условий. Одним из них является проведение периодических межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) методик измерений в соответствии с требованиями, изложенными в [1-4]. Эту работу можно выполнить следующим образом:

- организацией совместного отбора проб воды и анализа их методами, используемыми каждой из сторон, с последующим сравнением полученных результатов с учётом погрешности измерений;

- проведением специального эксперимента - рассылкой контрольных образцов, приготовленных в России или Монголии, для выполнения их анализа. ГХИ имеет опыт приготовления контрольных образцов для проведения внешнего контроля качества измерений, выполняемых сетевыми лабораториями Росгидромета.

Для МСИ в программу включены показатели, превышение ПДК которых часто наблюдается и установлено при оценке качества вод трансграничных с Монголией рек (медь, цинк, свинец).

Важным фактором предупреждения негативных воздействий на качество измерений является обучение персонала и повышение его квалификации. В связи с этим была запланирована стажировка монгольских специалистов по методическим вопросам анализа поверхностных вод и контролю качества измерений.

1 Организация и проведение МСИ методик измерений

1.1 Основанием для проведения МСИ является календарный план работ по проекту и программа проведения МСИ (приложение А).

Целью проведения МСИ является проверка качества измерений массовых концентраций меди, цинка и свинца в поверхностных водах для обеспечения сопоставимости результатов измерений, получаемых в лабораториях РФ и МНР, оценка технической компетентности лабораторий.

Объектом испытаний являются шифрованные контрольные образцы, содержащие заданное значение массовых концентраций меди, свинца, цинка, разделённые пробы воды, отобранные совместно сотрудниками российской и монгольской лабораторий

1.2 Контрольные растворы ионов металлов были приготовлены ФГБУ «ГХИ» разбавлением промежуточных аттестованных растворов, массовая концентрация меди, цинка, свинца в которых составляла 10 мкг/см³.

Аттестованные растворы ионов металлов были приготовлены из Государственных стандартных образцов:

цинка - ГСО 7256-96, свинца – из ГСО 7252-96, меди – из ГСО 7255-96.

Сроки годности использованных образцов ГСО – сентябрь, октябрь 2013 г. Массовая концентрация – $(1,00 \pm 0,01)$ мг/см³.

Для приготовления растворов использовали мерную посуду:

- пипетки градуированные не ниже 2-го класса точности исполнения 1,2 по ГОСТ 29227-91, вместимостью 5 см³;

- пипетки с одной отметкой не ниже 2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью 5 см³;

- колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2,2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50 см³, 500 см³.

Для разбавления использовали очищенную воду. Очищенную воду получали повторной перегонкой дистиллированной воды.

В таблице приведены сведения для приготовления контрольных растворов. Объём контрольного образца 50 см³ на фоне 0,1 моль/дм³ азотной кислоты.

Таблица 1 - Приготовление контрольных растворов меди, свинца, цинка

Номер раствора	Ионы меди		Ионы свинца		Ионы цинка	
	С, мкг/см ³	V, см ³	С, мкг/дм ³	V, см ³	С, мкг/дм ³	V, см ³
1	0,5	2,5	3	1,5	10	5,0
2	0,2	1,0	4	2,0	8	4,0
3	0,8	4,0	6	3,0	12	6,0
4	1,2	6,0	12	6,0	20	10,0
5	2,0	10,0	8	4,0	15	7,0
6	1,0	5,0	12	6,0	16	8,0

1.3 В лаборатории Улан-Уде (РФ), Улан-Батор и Сухе-Батор (МНР) были высланы пробирки с контрольными растворами, на основании которых лаборатории должны были приготовить контрольные образцы на фоне природной воды, и схема приготовления контрольных образцов (приложение Б). Как оказалось, лаборатория в Сухе-Баторе не определяет в пробах воды металлы, поэтому все образцы были проанализированы в лаборатории Улан-Батора, что и привело к большему, по сравнению с Российской стороной объёму аналитических работ, выполненных Монгольской стороной.

В таблице 2 приведены приписанные (истинные) концентрации металлов, подлежащих определению в контрольных образцах.

Таблица 2 – Массовые концентрации меди, свинца и цинка в контрольных образцах

Шифр образца	Массовые концентрации металлов, мкг/дм ³		
	медь	свинец	цинк
М-1	5,0	3,0	10,0
М-2	2,0	4,0	8,0
М-3	8,0	6,0	12,0
М-4	12,0	12,0	20,0
М-5	20,0	8,0	15,0
М-6	10,0	12,0	16,0

1.4 Для анализа контрольных образцов Российская лаборатория использовала аттестованную методику, включённую в Государственный реестр методик КХА для экологического контроля, ПНД Ф 14.1:2:4.236-07 «Вода природная, питьевая, технологически чистая, очищенная сточная. Методика выполнения измерений массовых концентраций кадмия, свинца, цинка и меди методом инверсионной вольтамперометрии». Погрешность определения от 20 до 30 % в зависимости от концентрации металла. Методика имеет высокую чувствительность, что позволяет проводить измерения массовой концентрации металлов в природной воде и в контрольных образцах без концентрирования.

Монгольская лаборатория в Улан-Баторе выполнила анализы по стандарту ИСО, принятому в качестве национального стандарта Монголии MNS ISO 4421-1999. Water quality. Determination of copper, cadmium, nickel, cobalt, zinc and lead. Flame atomic absorption spectrometric. В качестве характеристики погрешности в стандарте приведена лишь величина воспроизводимости, равная 10 %. При оценке результатов анализа нами была экспертным путём установлена величина погрешности измерений (расширенная неопределённость), равная $1,96 \sigma_R$, т.е. 20 %. Поскольку измерения по данной методике проводятся методом пламенной атомной абсорбции, чувствительность которого недостаточна для непосредственного определения металлов в природной воде, методика предусматривает многократное (20-40-кратное) концентрирование проб путем упаривания.

1.5 Российская лаборатория результаты анализа контрольных проб сопроводила актом отбора проб и протоколами КХА по форме, приведённой в Руководстве по качеству лабораторий и заполнила форму, приведённую в приложении к программе.

1.6 Представленные результаты были оценены в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 43-1-2004 «Проверка лабораторий на качество проведения испытаний посредством

межлабораторных сличений» по разности между результатом участника и приписанным значением по величине Z- коэффициента, равном $Z = C-X / \Delta$, где Δ - погрешность измерения величины концентрации, рассчитанная по формуле

$\Delta = \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2}$, где Δ_1 и Δ_2 – погрешности определения металлов в в природной воде и в воде с добавкой.

При $Z \leq 2$ результат удовлетворительный, при $2 < Z < 3$ – сомнительный, при $Z \geq 3$ – неудовлетворительный.

Результаты оценки по величине Z- коэффициента представлены в таблице 3.

Поскольку из 18 результаты, представленных Монгольской лабораторией, 17 оказались не удовлетворительными, оценка сопоставимости результатов по критерию E_n не проводилась.

1.7 Выводы и рекомендации

1.7.1 Российская лаборатория выполнила анализ 9-и контрольных образцов, из которых лишь один сомнительный, поэтому качество измерений массовых концентраций меди, свинца и цинка в данной лаборатории является **удовлетворительным**.

1.7.2 Монгольская лаборатория выполнила анализ 18-и контрольных образцов (9 – за лабораторию в Сухе-Баторе), из которых лишь 1 удовлетворительный(свинец в одном образце). Поэтому качество измерений массовых концентраций меди, свинца и цинка в данной лаборатории является **не удовлетворительным, требующим немедленных корректирующих действий**

По мнению координатора работ и технического эксперта ФГБУ «ГХИ» используемая монгольской стороной методика для определения металлов в воде непригодна вследствие двух факторов – потерь металлов при концентрировании и использовании устаревшего измерительного прибора, потерявшего исходную чувствительность детектора. Для меди, скорее всего, полностью вышла из строя соответствующая лампа, поэтому ни в одной пробе медь, даже при сравнительно высокой концентрации не обнаружена.

1.7.3 Основной рекомендацией для монгольской лаборатории является срочное приобретение нового прибора, предпочтительно атомно-абсорбционного спектрофотометра с электротермической атомизацией, при условии, что будет возможна бесперебойная поставка особо чистого аргона. Если есть проблемы с приобретением чистого газа, целесообразно внедрение метода инверсионной вольтамперометрии, позволяющего определять низкие концентрации металлов в природной воде без концентрирования пробы.

1.7.4 До приобретения нового прибора, чтобы повысить качество представляемой информации о концентрации металлов в анализируемой воде необходимо выполнить следующие корректирующие действия:

- проверить техническое состояние прибора методом поверки или калибровки, возможно используемые лампы выработали свой ресурс и требуют замены;
- проверить качество используемых реактивов, прежде всего азотной кислоты, дистиллированной воды, солей металлов, на основе которых готовили стандартные растворы для калибровки. Загрязнение реактивов металлами приводит к большой величине холостого опыта, на фоне которого трудно определить низкие концентрации;
- оптимизировать процедуру концентрирования проб выпариванием: проба не должна кипеть, необходимо использовать не плитки, а песочную баню;
- прежде чем начинать анализы, необходимо провести контроль точности измерений путём добавки известной концентрации определяемого металла в пробу и выполнения всей процедуры анализа, включая выпаривание. Только в случае удовлетворительного результата можно приступить к анализу всех проб воды
 - проверить квалификацию персонала, выполняющего анализы, степень освоения им данной методики, правильность выполнения персоналом процедуры измерений;
 - после выполнения всех корректирующих действий провести ещё раз контроль точности измерений.

1.8 Результаты анализа Российской и Монгольской лабораториями разделённой (или одновременно отобранной) пробы воды в Гидрохимический институт не поступали.

Таблица 3 - Результаты оценки представленных лабораториями концентраций металлов в контрольных образцах.

Определяемый компонент, мкг/дм ³	Приписанная концентрация добавки С, мкг/дм ³	Найденная концентрация добавки, X±Δ, (К) мкг/дм ³	Массовая концентрация компонента в природной воде X ₁ , мкг/дм ³	Массовая концентрация пробы с добавкой, X ₂ , мкг/дм ³	Погрешность измерений добавки, Δ, мкг/дм ³	С-Х, мкг/дм ³	Выводы о качестве измерений по Z-коэфф.
Улан-Уде (Россия)							
М-1							
медь	5,0	3,9	4,20	8,1	2,47	1,10	Удовл.
свинец	3,0	3,6	0,5	4,0	1,0	0,6	Удовл.
цинк	10,0	13,1	12,3	25,4	7,0	3,1	Удовл.
М-2							
медь	2,0	1,5	4,2	5,7	2,0	0,5	Удовл.
свинец	4,0	2,5	0,5	2,9	0,8	1,5	Удовл.
цинк	8,0	7,4	12,3	19,7	5,8	0,6	Удовл.
М-4							
медь	12,0	7,2	4,2	11,4	3,1	4,8	Удовл.
свинец	12,0	7,3	0,5	7,7	1,6	4,7	Сомнит
цинк	20,0	20,1	12,3	32,4	8,7	0,1	Удовл.
Улан-Батор (Монголия)							
М-1							
медь	5,0	Не обн.	-	-	1,0	5,0	Не удовл.
свинец	3,0	1,0	-	-	0,6	2,0	Не удовл.
цинк	10,0	2,6	0,2	2,8	2,0	7,4	Не удовл.
М-2							
медь	2,0	Не обн.	-	-	0,4	2,0	Не удовл.
свинец	4,0	1,2	-	-	0,8	3,8	Не Удовл.
цинк	8,0	1,3	0,2	1,5	1,6	6,7	Не удовл.
М-3							
медь	8,0	Не обн.	-	-	1,6	8,0	Не удовл.
свинец	6,0	4,5	-	-	1,2	1,5	удовл.
цинк	12,0	1,0	0,2	-	1,2	110,0	Не удовл.
М-4							
медь	12,0	Не обн.	-	-	2,4	12,0	Не удовл.
свинец	12,0	3	-	-	2,4	9,0	Не удовл.
цинк	20,0	5,8	-	-	4	14,2	Не удовл
М-5							
медь	20,0	Не обн.	-	-	4	16,0	Не удовл.
свинец	8,0	5	-	-	1,2	3,0	Не удовл.
цинк	15,0	9,8	-	-	3,0	5,2	Не удовл
М-6							
медь	10,0	Не обн.	-	-	2,0	10,0	Не удовл
свинец	12,0	Не обн.	-	-	2,4	12,0	Не удовл.
цинк	16,0	4,8	-	-	3,2	11,2	Не удовл.

2 Организовать и провести стажировку монгольских специалистов по методическим вопросам анализа поверхностных вод и контролю качества измерений

2.1 Обучающий семинар был проведён в период с 15.10 2013 г по 26.10.2013 г на базе лабораторий ФГБУ «ГХИ». На семинар 14.10.2013 г прибыли специалисты из МНР:

- Алтантуя Болд, инженер Центральной лаборатории по изучению окружающей среды и метрологии (Улан-Батор);
- Отгоньяргал Сурен, инженер Центральной лаборатории по изучению окружающей среды и метрологии (Улан-Батор).

2.2 Семинар на тему «Методические вопросы анализа поверхностных вод и контроль качества измерений» был проведён в соответствии с прилагаемой к отчёту программой (приложение В).

Монгольские специалисты ознакомились с лабораторией методов и технических средств ГХИ и прослушали следующие лекции:

- Состояние и перспективы развития методического обеспечения анализа природных вод и донных отложений в ОГСН РФ;
- Требования к методам анализа и сравнительная характеристика методик определения компонентов вод;
- Алгоритмы оценивания лабораторных погрешностей;
- Алгоритмы контроля погрешности измерений
- Методики определения АСПАВ, фенолов, хлорорганических пестицидов, разработанных ФГБУ «ГХИ»,

2.4 Были проведены практические занятия:

- по алгоритмам контроля погрешности измерений (оперативный контроль и карты Шухарта);
- обучение методикам определения нитритов и нитратов;
- обучение методикам определения аммонийного азота;
- обучение методикам определения хлоридов;
- обучение методикам определения ХПК;
- обучение методикам определения железа общего;
- обучение методикам определения нефтепродуктов.

2.5 На семинаре было проведено также обсуждение результатов межлабораторных сравнительных испытаний методик анализа, используемых Российской лабораторией (г. Улан-Уде) и Монгольской лабораторией (г. Улан-Батор) для определения массовых концентраций меди, свинца и цинка в водах. Результаты МСИ представлены в таблице 3.

Результаты, присланные лабораториями, представлены в приложениях Д, Е.
Рекомендации по улучшению качества измерений металлов в Монгольской лаборатории изложены в разделе 1.7.

2.6 Монгольским специалистам были переданы методические материалы к лекциям и нормативные документы на методики измерений (приложение Г)

Библиография

[1]ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 Государственный стандарт Российской Федерации. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

[2]Р 50.4.006-2002 Межлабораторные сравнительные испытания при аккредитации и инспекционном контроле испытательных лабораторий. Методика и порядок проведения. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2002.-18 с.

[3] ГОСТ ИСО/МЭК 43-1-2004 Проверка лабораторий на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений. Часть 1 Разработка и реализация программ проверки на качество проведения испытаний

[4] ГОСТ ИСО/МЭК 43-2-2004 Проверка лабораторий на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений. Часть 2 Выбор и применение органами по аккредитации лабораторий программ проверок на качество проведения испытаний.

Приложение А

СОГЛАСОВАНО

Начальник Бурятского ЦГМС- филиала
ФГБУ «Забайкальского УГМС»

_____ В.Н.Пронин

« » _____ 2013

Директор Центральной лаборатории
окружающей среды Монголии(ЦЛОСМ)

_____ Бадарчийн Лхагвасурэн

« » _____ 2013



СОГЛАСОВАНО

Врио. директора ФГБУ «ГХИ»

М.М.Трофимчук

« 21 » июля 2013 г.

ПРОГРАММА

**межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) по измерению
концентраций показателей состава воды, выполняемая в рамках контракта
GPSO/Lake Baikal/039/01.July 2013_GHI**

Наименование программы: Интеркалибрация методов измерений массовых
концентраций меди, цинк, свинца (ИМ/РФ/МНР/Вода -2013)

Дата реализации программы: 01.07.2013- 20.11.2013

Наименование организаций, участвующих в МСИ, адрес:

От РФ – лаборатория загрязнения поверхностных вод суши Бурятского ЦГМС - филиала
ФГБУ «Забайкальское УГМС», 670034, Республика Бурятия, г.Улан-Уде, ул.Пушкина, д.2а;

От Монголии– лаборатория ЦЛОСМ , Монгол УЛС Улаанбаатар хот, Хан-Урал -3
Чингисийн ерген челее Шуудангийн хайрцаг – 150, Улаанбаатар - 36

Ф.И.О., должность координаторов программы, адрес:

От РФ - Назарова Адэлла Андреевна, зав.лабораторией стандартизации и метрологии,
главный метролог, ФГБУ «Гидрохимический институт, 344090,г.Ростов-на-Дону,
пр.Стачки,198

От Монголии - Бадарчийн ЛХАГВАСУРЭН, директор лаборатории ЦЛОСМ , Монгол УЛС
Улаанбаатар хот, Хан-Урал -3,Чингисийн ерген челее Шуудангийн хайрцаг – 150,
Улаанбаатар - 36

Наименование организации, ответственной за подготовку образцов: ФГБУ «ГХИ»

Цель проведения МСИ: проверка качества измерений массовых концентраций меди, цинка в поверхностных водах для обеспечения сопоставимости результатов измерений, получаемых в лабораториях РФ и МНР, оценка технической компетентности лабораторий

Объект испытаний: объектом испытаний являются шифрованные контрольные пробы, содержащие заданное значение массовых концентраций меди, свинца, цинка, разделённые пробы воды, отобранные совместно сотрудниками российской и монгольской лабораторий

Порядок получения и транспортировки образцов: контрольные пробы готовят в ФГБУ «ГХИ» на основе государственных стандартных образцов (ГСО), транспортируют эспресс-почтой в Бурятский ЦГМС, который передает их монгольской стороне.

Порядок и условия проведения МСИ: каждая лаборатория-участник выполняет по 2 независимых измерения каждого образца, приготовленного по схеме, прилагаемой к контрольным образцам и проводит анализ совместно отобранной пробы воды. Для анализа контрольных образцов и проб воды используют методики, принятые в российской и монгольской лабораториях.

Представление результатов МСИ: Результаты анализа контрольных проб и разделённых проб воды, отобранных совместно, оформляют актом отбора проб и протоколами КХА по форме, приведённой в Руководстве по качеству лабораторий и заполняют форму, приведённую в приложении к программе. Результаты представляются координаторам программы.

Алгоритм обработки и оформление результатов МСИ: результаты обрабатывают в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 43-1-2004

« Проверка лабораторий на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений»

Координатор программы от России,
главный метролог ФГБУ «ГХИ»



А.А. Назарова

Приложение Б

Схема приготовления контрольных образцов и представления результатов определения ионов меди, свинца и цинка

Отобрать три пробы природной воды, отфильтровать и законсервировать в соответствии с методиками, используемыми в данной лаборатории.

Для приготовления контрольного образца вскрыть пробирку, отобрать 5,0 см³ раствора пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см³ и перенести в мерную колбу вместимостью 500 см³. Объем раствора довести до метки на той же природной водой и перемешать. Выполнить по 2 параллельных измерения каждого элемента в исходной пробе воды (без добавки) «X» и в контрольном образце «X_к» согласно методиками, используемым в лаборатории. Найти концентрацию добавки C_д.

Результаты анализа представить по форме, приведенной в таблице. Указать, какие пробы воды (из каких водоемов) использованы для приготовления контрольных образцов, а также способ фильтрования.

Таблица – Форма представления результатов

Определяемый металл,	Шифр образца	Шифр и наименование используемой методики	Найдено, мкг/дм ³							
			X ₁	X ₂	$\bar{X} \pm \Delta$	X _{к1}	X _{к2}	\bar{X}_K	$\bar{X}_K \pm \Delta$	$C_D = \bar{X}_K - \bar{X}$
Медь										
Свинец										
Цинк										

**ПРОГРАММА
семинара на тему «Методические вопросы анализа поверхностных вод и
контроль качества измерений»**

Семинар проводится в соответствии с проектом «Интеркалибрация методов анализа определяемых веществ, включённых в гармонизированную программу гидрохимического мониторинга бассейна реки Селенга (Российская Федерация)» (GPSO/Lake Baikal/039/01.July 2013_GHI) для монгольских специалистов :

- Алтантуя Болд ,инженер Центральной лаборатории по изучению окружающей среды и метрологии (Улан-Батор);
- Отгоньяргал Сурен ,инженер Центральной лаборатории по изучению окружающей среды и метрологии (Улан-Батор).

Сроки проведения семинаров: с 15.10.13 по 26.10.13;

Место проведения семинара: г. Ростов-на-Дону, ФГБУ «ГХИ».

Переводчик с русского на английский язык: Долгополова Т.В.

Ведущий инженер по спецработе: Лукашенко Е.Ю.

Дата проведения	Время проведения	Наименование мероприятия	Ответственный исполнитель
14.10.13	18 ⁰⁰ -20 ⁰⁰	Встреча прибывающих монгольских специалистов	Михайленко О.А. Долгополова Т.В.
15.10.13	13 ⁰⁰ -15 ⁰⁰	Вступительное слово Ознакомление с лабораторией методов и технических средств анализа вод ФГБУ «ГХИ»	Никаноров А.М. Минина Л.И. Боева Л.В.
16.10.13	11 ⁰⁰ – 13 ⁰⁰	Состояние и перспективы развития методического обеспечения анализа природных вод и донных отложений в ОГСН РФ	Боева Л.В. Евдокимова Т.С. Килейнова Е.С. Андреев Ю.А. Назарова А.А. Гончарова Т.О. Тамбиева Н.С. Михайленко О.А. Рязанцева И.А. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	. Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ -16 ⁰⁰	Требования к методам анализа и сравнительная характеристика методик определения компонентов вод.	Боева Л.В. Евдокимова Т.С. Килейнова Е.С. Андреев Ю.А. Назарова А.А. Гончарова Т.О. Тамбиева Н.С. Михайленко О.А. Рязанцева И.А. Долгополова Т.В.
17.10.13-	10 ⁰⁰ - 13 ⁰⁰	Ознакомление с системой метрологической аттестации (валидации) методик	Назарова А.А. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ -16 ⁰⁰	Алгоритмы оценивания лабораторных погрешностей	Назарова А.А. Долгополова Т.В.

Дата проведения	Время проведения	Наименование мероприятия	Ответственный исполнитель
18.10.13	10 ⁰⁰ - 13 ⁰⁰	Обучение алгоритмам контроля погрешности измерений	Гончарова Т.О. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Графический контроль погрешности	Гончарова Т.О. Долгополова Т.В.
19.10.13	11 ⁰⁰ - 17 ⁰⁰	Экскурсия по г. Ростову-на-Дону.	Михайленко О.А. Долгополова Т.В.
20.10.13	11 ⁰⁰ - 17 ⁰⁰	Экскурсия в станицу Старочеркасская	Михайленко О.А. Долгополова Т.В.
21.10.13	10 ⁰⁰ - 13 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения нитритов и нитратов	Боева Л.В. Килейнова Е.С.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения нитритов и нитратов	Боева Л.В. Килейнова Е.
22.10.13	10 ⁰⁰ - 13 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения аммонийного азота.	Боева Л.В. Тамбиева Н.С. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения хлоридов	Боева Л.В. Михайленко О.А. Долгополова Т.В.
23.10.13	10 ⁰⁰ - 13 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения ХПК.	Боева Л.В. Евдокимова Т.С. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения железа общего	Боева Л.В. Евдокимова Т.С. Долгополова Т.В.
24.10.13	10 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения нефтепродуктов	Боева Л.В. Рязанцева И.А. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Обучение монгольских специалистов методикам определения нефтепродуктов	Боева Л.В. Рязанцева И.А. Долгополова Т.В.
25.10.13	10 ⁰⁰ - 12 ⁰⁰	Ознакомление с методиками определения АСПАВ, фенолов, хлорорганических пестицидов, разработанных ФГБУ «ГХИ», консультации по методам анализа вод	Боева Л.В. Андреев Ю.А. Долгополова Т.В.
	13 ⁰⁰ - 14 ⁰⁰	Обеденный перерыв	Михайленко О.А.
	14 ⁰⁰ - 16 ⁰⁰	Обсуждение результатов межлабораторных сравнительных испытаний методик анализа(п.1 КП). Закрытие семинара	Минина Л.И. Назарова А.А. Боева Л.В. Андреев Ю.А. Долгополова Т.В.
26.10.13	В течение дня	Отъезд монгольских специалистов	Лукашенко Е.Ю. Долгополова Т.В.

Директор, член корр. РАН



А.М.Никаноров

Список нормативных документов, переданных монгольским специалистам

- 1 РД 52.24.358-2006 Массовая концентрация железа общего в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с 1,10-фенантролином.
- 2 РД 52.24.368-2006 Массовая концентрация анионных синтетических поверхностно-активных веществ (АСПАВ) в водах Методика выполнения измерений экстракционно-фотометрическим методом.
- 3 РД 52.24.402-2011 Массовая концентрация хлоридов в водах. Методика выполнения измерений меркуриметрическим методом;
- 4 РД 52.24.412-2009 Массовая концентрация гексахлорбензола, альфа-, бета- и гамма-ГХЦГ, дикофола, дигидрогептахлора, 4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЕ, 4,4'-ДДД, трифлуралина в водах. Методика выполнения измерений газохроматографическим методом
- 5 РД 52.24.421-2012 Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в водах.
- 6 РД 52.24.432-2005 Массовая концентрация кремния в поверхностных водах суши. Методика выполнения измерений фотометрическим методом в виде синей (восстановленной) формы молибдкремневой кислоты
- 7 РД 52.24.476-2007 Массовая концентрация нефтепродуктов в водах. Методика выполнения измерений ИК-фотометрическим методом;
- 8 РД 52.24.509-2005 Внутренний контроль качества гидрохимической информации.;
- 9 РД 52.24.523-2009 Массовая концентрация нитратов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-наф-тил) этилендиамина дигидрохлоридом после восстановления в кадмиевом редуторе;
- 10 РД 52.24.528-2012 Массовая концентрация нитратов в водах. Методика измерений фотометрическим методом с сульфаниламидом и N-(1-нафтил) этилендиамина дигидрохлоридом после восстановления сульфатом гидразина.

Результаты анализов контрольных образцов российской лабораторией

Приложение к Протоколу КХА № 36/ГХ от «12» августа 2013 г.

Результаты количественного химического анализа воды

Определяемый металл	Шифр образца	Шифр и наименование используемой методики	Найдено, мкг/дм ³						
			X ₁	X ₂	$\bar{X} \pm \Delta$	X _{к1}	X _{к2}	$\bar{X}_k \pm \Delta_k$	C _д = $\bar{X}_k - \bar{X}$
Медь	М - 1	МУ 08-47/163 Методика выполнения измерений массовых концентраций кадмия, свинца, цинка и меди методом инверсионной вольтамперометрии	4,40	4,00	4,20±1,26	8,30	7,90	8,10±2,02	3,90
	М - 2					5,93	5,53	5,73±1,43	1,53
	М - 4					11,59	11,19	11,39±2,85	7,19
Свинец	М - 1	Методика выполнения измерений массовых концентраций кадмия, свинца, цинка и меди методом инверсионной вольтамперометрии	0,50	0,46	0,48±0,14	4,06	4,02	4,04±1,01	3,56
	М - 2					3,01	2,97	2,99±0,75	2,51
	М - 4					7,75	7,71	7,73±1,55	7,25
Цинк	М - 1	Методика выполнения измерений массовых концентраций кадмия, свинца, цинка и меди методом инверсионной вольтамперометрии	12,50	12,13	12,32±3,08	25,57	25,20	25,39±6,34	13,07
	М - 2					19,91	19,54	19,72±4,93	7,40
	М - 4					32,61	32,24	32,42±8,10	20,10

Начальник ЦМС

Начальник ЛМЗВ

Кай
Александр

В.А.Коробенкова

Е.Ю.Красноярова

Приложение Е

Результаты анализов контрольных образцов монгольской лабораторией

Схема приготовления контрольных образцов и представления результатов определения ионов меди, свинца и цинка

Отобрать три пробы природной воды, отфильтровать и законсервировать в соответствии с методиками, используемыми в данной лаборатории.

Для приготовления контрольного образца вскрыть пробирку, отобрать 5.0 см³ раствора пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см³ и перенести в мерную колбу вместимостью 500 см³. Объем раствора довести до метки на той же природной водой и перемешать. Выполнить по 2 параллельных измерения каждого элемента в исходной пробе воды (без добавки) "X" и в контрольном образце "X_к" согласно методиками, используемым в лаборатории. Найти концентрацию добавки С_д.

Результаты анализа представить по форме, приведенной в таблице. Указать, какие пробы воды (из каких водоемов) использованы для приготовления контрольных образцов, а также способ фильтрации.

Таблица – Форма представления результатов

Определяемый металл	Шифр образца	Шифр и наименование используемой методики	Найдено, мкг/дм ³							
			X ₁	X ₂	X ± Δ	X _{к1}	X _{к2}	X _к	X _к ± Δ	С _д = X _к - X
Медь	1		н/о			н/о				н/о
	2					н/о				н/о
	3					н/о				н/о
Свинец	1		н/о			1.0	-		1.0 ± 0.2	1.0
	2					1.2	-		1.2 ± 0.2	1.2
	3					4.5	-		4.5 ± 0.9	4.5
Цинк	1		0.2			2.8	-		2.6 ± 0.5	2.6
	2					1.5	-		1.3 ± 0.3	1.3
	3					1.2	-		1.0 ± 0.2	1.0

Исполнители

Директор



Болд АЛТАНГУЯА

Гэрэлбадрах ОЮУНСҮРЭН

Бадарч ЛХАГВАСҮРЭН

Схема приготовления контрольных образцов и представления результатов определения ионов меди, свинца и цинка

Отобрать три пробы природной воды, отфильтровать и законсервировать в соответствии с методиками, используемыми в данной лаборатории.

Для приготовления контрольного образца вскрыть пробирку, отобрать 5.0 см³ раствора пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см³ и перенести в мерную колбу вместимостью 500 см³. Объем раствора довести до метки на той же природной водой и перемешать. Выполнить по 2 параллельных измерения каждого элемента в исходной пробе воды (без добавки) "X" и в контрольном образце "X_к" согласно методиками, используемым в лаборатории. Найти концентрацию добавки С_д.

Результаты анализа представить по форме, приведенной в таблице. Указать, какие пробы воды (из каких водоемов) использованы для приготовления контрольных образцов, а также способ фильтрации.

Таблица – Форма представления результатов

Определяемый металл	Шифр образца	Шифр и наименование используемой методики	Найденно, мкг/дм ³							
			X ₁	X ₂	X ± Δ	X _{к1}	X _{к2}	X _к	X _к ± Δ	С _д = X _к - X
Медь	4		н/о			н/о				н/о
	5					н/о				н/о
	6					н/о				н/о
Свинец	4		н/о			3.0	-		3±0.6	3.0
	5					5.0	-		5±0.1	5.0
	6					н/о	-		н/о	н/о
Цинк	4		н/о			5.8	-		5.8±1.2	5.6
	5					9.8	-		9.8±2.0	9.6
	6					4.8	-		4.8±1.0	4.6

Исполнители

Директор



Болд АЛТАНГУЯА

Гэрэлбадрах ОЮУНСҮРЭН

Бадарч ЛХАГВАСҮРЭН