МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 22036— 2014

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Определение микроэлементов в экстрактах почвы с использованием атомно-эмиссионной спектрометрии индуктивно связанной плазмы (ИСП-АЭС)

(ISO 22036:2008, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт сельскохозяйственной радиологии и агроэкологии» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИСХРАЭ» Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5.

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации (ТК 025)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004–97	Код страны по МК (ISO 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 05 июня 2014 г. № 510-ст ГОСТ ISO 22036-2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 июля 2015 года.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 22036:2008 Soil quality – Determination of trace elements in extracts of soil by inductively coupled plasma - atomic emission spectrometry (ICP - AES) [Качество почвы. Определение микроэлементов в экстрактах почвы с использованием атомно-эмиссионной спектрометрии индуктивно связанной плазмы (ИСП-АЭС)]

В настоящем стандарте после значений единицы объема (мл) и (л) и значений единицы концентрации (мг/л) и (мкг/л), приведенных в международном документе, дополнительно в скобках приведены значения единицы объема ($см^3$) и ($дм^3$) и значения единицы концентрации (мг/$дм^3$) и (мкг/$дм^3$), пересчитанных в соответствии с единицами, установленными в межгосударственных стандартах.

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Химические методы и характеристики почв» технического комитета по стандартизации ISO/TC 190 «Качество почвы» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Сведения о соответствии межгосударственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения..... 1
2 Нормативные ссылки..... 1
3 Термины и определения..... 2
4 Принцип..... 2
5 Помехи..... 5
6 Реагенты..... 7
7 Инструментальная часть..... 8
8 Методика..... 9
9 Расчет результатов..... 12
10 Точность измерения..... 13
11 Выражение результатов..... 13
12 Протокол испытаний..... 13
Приложение А (справочное) Воспроизводимость и точность результатов..... 14
Приложение В (справочное) Помехи..... 16
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам..... 24
Библиография..... 25

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Определение микроэлементов в экстрактах почвы с использованием атомно-эмиссионной спектрометрии индуктивно связанной плазмы (ИСП-АЭС)

Soil quality. Determination of trace elements in extracts of soil
by inductively coupled plasma - atomic emission spectrometry (ICP - AES)

Дата введения — 2015—07—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Процедуры, описанные в настоящем стандарте, должны проводиться компетентными, квалифицированными специалистами. Некоторые методы и реактивы, включая использование оборудования, могут быть весьма опасными. Пользователи настоящего стандарта, которые не имеют четкого представления о потенциальных опасностях и связанной с ними техники безопасности, должны получить профессиональную консультацию перед началом любой операции.

1 Область применения

Настоящий стандарт описывает определение микроэлементов в экстрактах после кислотного разложения почв или в почвенных растворах с использованием метода атомно-эмиссионной спектрометрии индуктивно связанной плазмы (ИСП-АЭС) для 34 элементов (см. таблицу 1).

Метод мультиэлементного определения применим к почвенным экстрактам, полученным с помощью «царской водки» в соответствии с ISO 11466, диэтилентриаминпентауксусной кислоты (DTPA) в соответствии с ISO 14870 или с помощью других слабых экстрагентов, а также для почвенных экстрактов при определении общего содержания элемента с помощью метода кислотного разложения по ISO 14869-1 или метода сплавления по ISO 14869-2.

Выбор метода калибровки зависит от экстрагента и может быть адаптирован к концентрации экстрагента.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание справочного документа (включая все его изменения).

ISO Guide 32, Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials (Калибровка в аналитической химии и использование сертифицированных стандартных образцов)

ISO 3696, Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (Вода для лабораторного использования в аналитических целях. Характеристики и методы тестирования)

ISO 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения]

ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

ISO 11465, Soil quality. Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method (Качество почвы. Определение массовой доли сухого вещества и массового отношения влаги. Гравиметрический метод)

ISO 11466, Soil quality. Extraction of trace elements soluble in aqua regia (Качество почвы. Извлечение микроэлементов, растворимых в «царской водке»)

Издание официальное

ISO 14869-1, Soil quality. Dissolution for the determination of total element content. Part 1: Dissolution with hydrofluoric and perchloric acids [Качество почвы. Растворение для определения общего содержания элементов. Часть 1. Растворение с помощью фтористоводородной (плавиковой) и хлорной кислот]

ISO 14869-2, Soil quality. Dissolution for the determination of total element content. Part 2: Dissolution by alkaline fusion (Качество почвы. Растворение для определения общего содержания элементов. Часть 2. Растворение с помощью щелочного сплавления)

ISO 14870, Soil quality. Extraction of trace elements by buffered DTPA solution (Качество почвы. Экстракция микроэлементов с помощью буферного раствора DTPA)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения, приведенные в ISO 5725-1, ISO 5725-2, ISO Guide 32, а также следующие.

3.1 **определяемый элемент (analyte):** Элемент, определяемый при анализе.

3.2 **холостой калибровочный раствор:** Раствор, полученный таким же образом, как калибровочный раствор, исключая определяемый элемент.

3.3 **холостой тест-раствор (холостая проба):** Раствор, полученный таким же образом, как раствор испытуемого образца, за исключением самого образца.

3.4 **калибровочный раствор:** Раствор, используемый для калибровки прибора, полученный из основных (запасных) растворов путем добавления кислоты, буфера, эталонного элемента и солей по мере необходимости.

3.5 **предел обнаружения прибора:** Наименьшая концентрация, которая может быть обнаружена с определенной статистической вероятностью с помощью чистого прибора и чистого раствора.

Примечание – Чистым раствором обычно является разбавленная азотная кислота.

3.6 **лабораторный образец (проба):** Образец, отправляемый в лабораторию для анализа.

3.7 **линейность:** Прямолинейная зависимость между средним значением измерения и количеством (концентрацией) определяемого элемента.

3.8 **предел обнаружения метода:** Наименьшая концентрация, которая может быть обнаружена с помощью конкретного аналитического метода с определенной статистической вероятностью для заданных максимальных концентраций матричных элементов.

3.9 **чистый химический реактив:** Химический реактив с максимально доступной чистотой и известной стехиометрией.

Примечание – Содержимое анализируемого вещества и загрязняющих веществ должно быть известно с установленной степенью достоверности.

3.10 **основной (запасный) раствор:** Раствор с точно известной концентрацией анализируемого вещества, полученный из чистых химических реактивов (3.9).

Примечание – исходные растворы являются эталонными в соответствии с Руководством ИСО 30.

3.11 **испытуемый (исследуемый) образец:** Часть, взятая из лабораторного образца после гомогенизации, измельчения, деления и т.д.

3.12 **раствор испытуемого образца:** Раствор, полученный после экстракции или растворения тестируемого образца согласно соответствующим техническим условиям.

Примечание – Раствор испытуемого образца предназначен для измерения.

4 Принцип

Метод атомно-эмиссионной спектрометрии индуктивно связанной плазмы (ICP-AES) может быть использован для определения микроэлементов в растворе. Раствор диспергируют с помощью соответствующего распылителя, и образующаяся аэрозоль поступает в плазменный факел. В радиочастотной индуктивно-связанной плазме сначала испаряется растворитель, затем также испаряются, диссоциируют, атомизируются и подвергаются ионизации сухие соли. Атомы или ионы термически возбуждаются и число фотонов, испускаемых при переходе на более низкий энергетический уровень, измеряется с использованием метода оптической эмиссионной спектрометрии. Спектры разделяются дифракционным спектрометром, и интенсивности эмиссионных линий регистрируются светочувствительными устройствами. Определение элемента проводят по длине волны излучения (энергии фотонов), в то время как концентрация элемента пропорциональна интенсивности излучения (количеству фотонов). Метод ИСП-АЭС может быть использован для

выполнения многоэлементного определения с помощью последовательных или синхронных оптических систем и осевого (аксиального) или радиального расположения плазмы.

В таблице 1 приведены примеры рекомендуемых длин волн, и пределы обнаружения для конкретного прибора. Представленные данные действительны для воды, подкисленной азотной кислотой и оптимизированного прибора. Использование других приборов может привести к изменению пределов обнаружения. Возможен подбор других длин волн.

Таблица 1 – Рекомендованные длины волн и рассчитанные пределы обнаружения для выбранных элементов, а также длины волн полученные с помощью ICP-AES Varian, Vista-MPX (megapixel CD detector)[9]

Длины волн и аналитические линии элементов			Осевой (аксиальный) обзор		Радиальный обзор	
Элемент	Длина волны, нм	Линии I = атом II = ион	Предел обнаружения, мкг/ дм^3 [a]	Предел обнаружения, мг/кг [b]	Предел обнаружения, мкг/ дм^3 [a]	Предел обнаружения, мг/кг [b]
Алюминий	396,068		1	0,10	4	0,4
	308,215	I	2,6	0,26		
	309,271	I				
	396,152	I	0,1	0,01	4	0,4
	167,078	I	0,3	0,03	1	0,1
Сурьма	206,833	I	0,5	0,5	16	1,6
	217,581	I	1,8	0,18	5	0,5
	231,146	I	2	0,2		
Мышьяк	188,979		2	0,2	12	1,2
	193,696		1	0,1	11	1,1
	197,198	I	5	0,5		
	189,042	I				
	188,979	I	1,5	0,15	5	0,5
Барий	233,061	II	0,06	0,006	0,7	0,07
	455,403	II	0,01	0,001	0,15	0,02
	493,409	II	0,04	0,004	0,15	0,02
Бериллий	313,107	II	0,03	0,003	0,15	0,02
	313,402	II	0,01	0,001	0,15	0,02
	234,861	II	0,01	0,001	0,05	0,005
Висмут	223,061	I	1,8	0,18	6	0,6
	306,771	I	17	1,7		
	315,887					
Бор	208,959	I	0,7	0,07	1,2	0,12
	249,678	I	1,1	0,11	1,5	0,15
	249,772	I	0,5	0,05	1	0,1
Кадмий	214,438	II	0,1	0,01	0,5	0,05
	226,502	II	0,11	0,011	0,6	0,06
	228,802	II	0,20	0,02	0,5	0,05
Кальций	396,847	II	0,5	0,05	0,3	0,03
	317,933	II	0,3	0,03	6,5	0,7
	393,366	II	0,5	0,05		
Хром	267,716	II	0,1	0,01	1	0,1
	205,552	II	0,3	0,03		
	206,149	II				
	283,563	II	0,2	0,02		
	284,325	II				
Кобальт	238,892	II	0,4	0,04	1,2	0,1
	228,616	II	0,4	0,04	1	0,1
	230,786	II				
Медь	327,396	I	0,3	0,03	1,5	0,1
	224,700	II				
	324,754	I	0,6	0,06		
Железо	238,204	II	0,3	0,03	0,9	0,09
	239,562	II				
	259,940	II	0,5	0,05	0,7	0,07
Свинец	220,353	II	0,4	0,04	8	0,8
	216,999	I				
	224,688	I				
	261,418	I				
	283,306	I	1,8	0,18		

Продолжение таблицы 1

Длины волн и аналитические линии элементов			Осевой (аксиальный) обзор		Радиальный обзор	
Элемент	Длина волны, нм	Линии I = атом II = ион	Предел обнаружения, мкг/ дм^3 [a]	Предел обнаружения, мг/кг [b]	Предел обнаружения, мкг/ дм^3 [a]	Предел обнаружения, мг/кг [b]
Литий	670,783	I	1,7	0,17	1	0,1
	460,286	I	67	6,7		
Магний	279,553	II	0,02	0,002	0,1	0,01
	279,079	II	1	0,1	4	0,4
	285,213	I	0,06	0,006	0,25	0,025
	279,806	II	1,5	0,15	10	1
Марганец	257,610	II	0,10	0,01	0,13	0,01
	260,569	II				
	279,482	II				
	293,306	II	0,4	0,04	1	0,1
	403,076	I	0,8	0,08		
	259,372	II	0,05	0,005		
Ртуть	194,227	II	1,2	0,12	2,5	0,25
	253,652	I	1	0,1	2	0,20
	184,890	I				
Молибден	202,030	II	0,2	0,02	2	0,2
	204,598	II	0,6	0,06	3	0,3
Никель	231,604	II	0,4	0,04	2,1	0,2
	221,647	II	0,3	0,03	1,4	0,14
	216,555	I	0,15	0,015		
	232,003	II				
Фосфор	177,428	I	1,5	0,15	25	2,5
	178,222	I	7	0,7		
	213,618	I	1,3	0,13	5,3	0,53
	214,914	I	1	0,1	11	1,1
Калий	766,491	I	0,2	0,02	4	0,4
	769,896	I	23	2,3	12	1,2
Рубидий	780,03		1	0,1	5	0,5
Селен	196,026	I	0,8	0,08	16	1,6
	203,985	I	2,8	0,28		
Кремний	251,611	I	0,9	0,09	2,2	0,22
	212,412	I	1,3	0,13	5	0,5
	288,158	I	1	0,1		
Серебро	328,068	I	0,4	0,04	1	0,1
	338,289	I	1	0,1	2	0,2
Натрий	589,592	I	0,6	0,06	1,5	0,2
	588,995	I	12	1,2	15	0,15
	330,237	I	69	6,9		
Стронций	407,771	II	0,01	0,001	0,1	0,01
	421,552	II	0,01	0,001	0,1	0,01
	460,733	I	0,3	0,03		
Сера	181,962	I	4	0,4	13	1,3
	182,036					
Таллий	190,800	II	2	0,2	13	0,1
	190,864	II				
Олово	189,933	II	6	0,6	8	0,8
	235,484	I	23	2,3	20	2,0
	283,998	I	11			
Титан	336,121	II	0,15	0,015	1	0,1
	334,941	II	0,2	0,02	0,25	0,25
	337,280	II	0,2	0,02	1	0,1
Ванадий	292,402	II	0,3	0,03	2	0,2
	309,310	II	0,08	0,008		
	311,837	II	0,1	0,01		
	290,882	II				
	310,230	II				

Окончание таблицы 1

Длины волн и аналитические линии элементов			Осевой (аксиальный) обзор		Радиальный обзор	
Элемент	Длина волны, нм	Линии I = атом II = ион	Предел обнаружения, мкг/ дм^3 [a]	Предел обнаружения, мг/кг [b]	Предел обнаружения, мкг/ дм^3 [a]	Предел обнаружения, мг/кг [b]
Цинк	213,856	I	0,05	0,005	0,8	0,08
	202,548	II	0,03	0,003	0,7	0,07
	206,200	II	0,15	0,015	2	0,02

[a] Обычные пределы обнаружения, равные 3-сигма, полученные при 30 с времени интеграции.

[b] Предел обнаружения (ПО), в виде массовой доли образца почвы в мг /кг сухого вещества, дается при условии, что испытуемый образец в количестве 1 г извлекается и разбавляется до 100 см^3. ПО, представленные в Таблице 1, являются лишь примерами для данного оборудования и лабораторных условий. Каждая лаборатория должна выбрать соответствующие длины волн и определить ПО для конкретных лабораторных условий.

Примечание – Длины волн, приведенные в таблице 1, используют наиболее часто, но они приведены здесь только в качестве примера. Подбор других длин волн возможен. Предел обнаружения и линейный диапазон изменяют для каждого элемента с изменением длины волны, спектрометра, условий эксплуатации и состава матрицы в растворе образца. Если измеряют растворы с высокой концентрацией соли (что типично для экстрагируемых из почв растворов), пределы обнаружения (ПО) существенно увеличиваются по сравнению с водными образцами.

Настоящий стандарт конкретно относится к использованию метода атомно-эмиссионной спектрометрии индуктивно связанной плазмы. Пользователям настоящего стандарта рекомендуется работать в своих лабораториях в соответствии с принятыми процедурами контроля качества. Сертифицированные стандартные образцы (ГСО) должны использоваться для установления количеств соответствующих элементов во внутренних стандартных образцах. Последние могут быть использованы для процедур текущего контроля качества, приведенных в настоящем стандарте.

Результаты должны быть установлены с использованием контрольных графиков (таблиц), для каждого элемента, в лаборатории. Результат не принимается, если он выпадает из согласованного предела. Для установки данных пределов должны использоваться процедуры контроля качества, основанные на общепризнанных статистических методах. Эти же процедуры контроля качества используются для того, чтобы убедиться, что согласованные пределы стабильны и не происходит долговременного отклонения. Необходимо регулярно использовать сертифицированные стандартные образцы (ГСО) для обеспечения чистоты внутренних стандартных образцов, и, следовательно, системы контроля качества.

5 Помехи

5.1 Общая информация

Наличие различных матричных элементов в испытуемом растворе образца может вызвать серьезные помехи, которые приводят к систематическим ошибкам анализируемого сигнала. Для компенсации таких помех могут быть использованы специальные методы, например, коррекция фона, соответствие матрицы калибровочного раствора или метод стандартных добавок.

Помехи делятся на спектральные и неспектральные. Они могут быть специфичными или неспецифичными для анализируемого вещества.

Спектральные помехи (см. 5.2), вызванные неполной изоляцией излучения, испускаемого анализируемым веществом, от других источников излучения обнаруживаются и усиливаются детектором (аддитивные помехи).

Неспектральные помехи (см. 5.3) – это помехи, где чувствительность изменяется в зависимости от состава исследуемого раствора (мультипликативные помехи). Наблюдаемый матричный эффект является составной помехой, вызываемой всеми компонентами в растворе образца.

Для определения микроэлементов требуется коррекция фона. Фоновая эмиссия должна измеряться смежно линии анализируемого элемента в образцах в ходе анализа. Положение, выбранное для измерений фоновой интенсивности с одной или с обеих сторон аналитической линии, определяется сложностью спектра линий, соседствующих с анализируемой. Используемое положение должно быть как можно более свободным от спектральных помех, и должно отражать те же изменения интенсивности фона, как и на длине волны анализируемого элемента. Увеличение фона происходит более интенсивно на аксиальных приборах. Коррекция фона не требуется в случаях уширения аналитической линии, где результат анализа фактически нивелируется измерением коррекции фона.

5.2 Спектральные помехи

Спектральными помехами являются, например:

- частичное или полное перекрытие линией излучения другого элемента линии определяемого; особый случай: увеличение фона, обусловленное крылом сильной линии излучения расположенной рядом, например, сдвиг фона на Pb 220,353 нм, вызванный Al 220,463 нм;
- перекрытие линии излучения определяемого элемента молекулярными спектральными линиями от многоатомной частицы, образованной в плазме из: растворителя, окружающего воздуха или газов (например, N_2^+, NO, NH, OH, CN);
- увеличение фона, обусловленное явлением рекомбинации, например, непрерывное спектральное излучение испускаемое Al в диапазоне от 190 нм до 220 нм;
- повышение фона, обусловленного рассеянным светом.

Наложение спектральных линий обычно приводит к выбору альтернативных линий. Если это невозможно, для компенсации помех можно использовать математические процедуры коррекции (например, метод межэлементной коррекции, многокомпонентное спектральное сглаживание). Параллельный сдвиг фона может быть компенсирован фоновой коррекцией. Для исправления наклонного сдвига фона, можно использовать две точки коррекции фона на каждой стороне пика.

Для исследования спектральных помех в экстрактах почв, полученных с использованием «царской водки», использовались наиболее известные линии анализируемых элементов As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Tl и Zn. Наиболее важные почвенные элементы Al, As, Ca, Cr, Cu, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Ti, V и Zn были использованы в качестве мешающих элементов в двух концентрациях: 100 и 500 мг/л (мг/дм^3). При этом массовые доли вышеуказанных элементов в почве при экстракции их с помощью «царской водки» в соответствии с ISO 11466 составят 0,33 % и 1,67 %.

В таблицах В.1 и В.3 приложения В приведена сводка потенциальных спектральных помех при анализе экстрактов почв, полученных с помощью «царской водки». Приведены как мешающие элементы, так и их эмиссионные линии. Прибор Perkin-Elmer Optima 3000[1] со спектральным разрешением 0,006 нм при 200 нм был использован для получения данных, приведенных в таблице В.1, а прибор Varian Vista, PRO[1] с аксиальным расположением детектора для данных, приведенных в таблице В.3. Совпадения линий, которые зависят от спектрального разрешения прибора, становятся ощутимыми только тогда, когда концентрация анализируемого и мешающего элементов достигает критического уровня.

В таблице В.2 помехи выражаются в виде эквивалентов концентрации анализируемого элемента (т.е. ложного положительного увеличения его концентрации) при концентрациях мешающего элемента 100 и 500 мг/л (мг/дм^3) соответственно. Эти данные предназначены в качестве ориентира для указания степени потенциальных помех. Пользователь должен знать, что на других приборах могут проявляться несколько иные уровни помех, чем представленные в таблице В.2, так как интенсивности варьируют в зависимости от конструкции прибора и условий эксплуатации, таких как электропитание, расход газа и высота наблюдения.

Некоторые потенциальные спектральные помехи, которые наблюдались для рекомендуемых длин волн при использовании аксиального инструмента, приведены в таблице В.3. Например, если Cr необходимо определить при 267,716 нм в образце, содержащем примерно 100 мг/л (мг/дм^3) Al, то будет наблюдаться ложный положительный сигнал, эквивалентный концентрации Cr около 0,06 мг/л (мг/дм^3). Пользователь должен иметь в виду, что на других приборах могут проявляться уровни помех, несколько отличающиеся от приведенных в таблице В.3. Интерференционные эффекты должны быть оценены для каждого индивидуального прибора, как с последовательным, так и с параллельным считыванием спектра. Для каждого прибора интенсивности меняются не только в зависимости от оптического разрешения, но и от условий эксплуатации (таких как электропитание, высота наблюдения и расход аргона). При использовании рекомендуемых длин волн, аналитик должен определить и задокументировать эффект от связанных помех для каждой длины волны (см. таблицу В.3), а также другие возможные помехи, которые могут быть специфичными для прибора или матрицы раствора. При любых анализах аналитик должен использовать компьютерную программу автоматической коррекции.

5.3 Неспектральные помехи

Неспектральные помехи могут возникнуть во время распыления или ввода пробы (физическая природа) или в самой плазме (как физическая, так и химическая природа).

Физические помехи, возникающие при транспортировке пробы, связаны с различиями

[1] Perkin-Elmer Optima 3000 и Varian Vista-Pro являются примерами подходящих коммерчески доступных продуктов. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением ИСО этих продуктов.

физических свойств (вязкость, поверхностное натяжение, плотность) калибровочных растворов и экстрактов из почвы, что обусловлено различиями в составе веществ (например, соли, органические вещества), а также типом или концентрацией кислоты. Как следствие, подача раствора в распылитель, эффективность распыления и распределение по размеру капель аэрозоля меняются, и, следовательно, изменяется чувствительность. Ошибки, вызванные этими помехами, могут быть преодолены путем разбавления растворов, путем подбора (уравнивания) матриц, использованием метода стандартных добавок или с помощью метода, включающего использование элемента сравнения (внутреннего стандарта).

Помехи, связанные с возбуждением вызывают изменения в чувствительности в результате изменения состояния плазмы из-за введения матрицы раствора. Эти изменения связаны с изменением условий возбуждения в плазме, вызванными легкоионизируемыми элементами, такими как щелочные металлы. Эффекты усиления или подавления легкоионизируемыми элементами анализируемой эмиссии зависят от условий эксплуатации плазмы (например, электропитания, расхода газа, высоты наблюдения), и различаются от элемента к элементу. Следовательно, улучшение состояния плазмы может снизить помехи, связанные с возбуждением. Другими возможностями являются разбавление растворов, уравнивание матриц или использование метода стандартных добавок.

6 Реагенты

Все реагенты аналитической степени чистоты.

6.1 Вода

Используйте деионизированную воду или воду, дистиллированную на цельностеклянном аппарате, соответствующую Уровню 2 согласно ISO 3696. Вода, используемая для холостых измерений и для подготовки реагентов и стандартных растворов, должна иметь концентрации элементов, которые являются незначительными по сравнению с самой низкой концентрацией, определяемой в растворах образцов.

В качестве примера ниже приведены реагенты, используемые для экстракции с помощью «царской водки» в соответствии с ISO 11466. Реагенты на основе других международных стандартов или других документов должны быть подготовлены соответствующим образом.

6.2 Азотная кислота, $w(HNO_3) = 65\ \%$; ~ 1,40 г/мл (г/см^3)

Азотная кислота из одной и той же партии должна быть использована в течение всей процедуры.

6.3 Азотная кислота (1+1)

Добавить 500 мл (см^3) азотной кислоты (6.2) к 400 мл (см^3) воды, перемешать и разбавить до 1 л (дм^3).

6.4 Соляная кислота, $w(HCl) = 37\ \%$; ~ 1,18 г/мл (г/см^3)

Соляная кислота из одной и той же партии должна быть использована в течение всей процедуры.

6.5 Соляная кислота (1+1)

Добавить 500 мл (см^3) соляной кислоты (6.4) к 400 мл (см^3) воды (6.1), перемешать и разбавить до 1 л (дм^3).

Другие реагенты, используемые для растворения или извлечения образцов почвы, описаны в соответствующих стандартах.

6.6 Приготовление основных (запасных) и рабочих стандартных растворов отдельных элементов

Существуют два источника основных (запасных) растворов:

- растворы, доступные в продаже;

- основные растворы, полученные в лаборатории из чистых элементов или стехиометрически определенных солей или оксидов. Концентрации одноэлементных растворов - 1000 мг/л (мг/дм^3).

Примечание – Растворы, доступные в продаже имеют то преимущество, что они устраняют необходимость обращаться непосредственно с токсичными металлами, особенно таллием. Однако особое внимание должно быть уделено тому, чтобы эти растворы поставлялись авторитетными поставщиками и были обеспечены сертификатом, содержащим информацию об их составе, проходили регулярную проверку.

6.7 Промежуточные (рабочие) стандартные растворы

Промежуточные (рабочие) стандартные растворы могут быть приготовлены для каждого анализируемого элемента, или для многоэлементных стандартных растворов путем разбавления основных (запасных) растворов. Эти растворы должны быть стабилизированы путем добавления 10 мл (см^3) азотной кислоты (6.3) к 100 мл (см^3) раствора. Промежуточные (рабочие) растворы имеют лишь ограниченный срок пригодности и должны быть утилизированы по прошествии трех месяцев в зависимости от концентрации раствора.

6.8 Многоэлементные стандартные растворы

Если необходимо определить несколько элементов для каждого образца, более удобной может быть подготовка многоэлементных стандартных растворов.

Предлагаемые многоэлементные смешанные стандартные растворы:

Смешанный стандартный раствор 1:

Al, B, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Pb, Li, Mn, Mo, Ni, V, Bi, Sr, Zn, Zr и 10 мл (см^3) азотной кислоты (6.3) в 100 мл (см^3).

Смешанный стандартный раствор 2:

As, Se, Sb, Sn, Tl и 5 мл (см^3) азотной кислоты (6.3) и 40 мл (см^3) соляной кислоты (6.5) в 100 мл (см^3).

Смешанный стандартный раствор 3:

Ca, Mg, Na, K, Ba, Ti и 10 мл (см^3) азотной кислоты (6.3) в 100 мл (см^3).

Следует использовать уравнивание матрицы, если наблюдаются высокие концентрации совместно извлеченных элементов, таких как Al, Ca, Fe, Mg, Na или K. Стабильность калибровочного раствора может быть проверена путем регулярного сравнения со свежеприготовленными растворами.

Следует соблюдать осторожность при приготовлении смешанных стандартов, чтобы убедиться, что элементы являются совместимыми и стабильны вместе. Другие комбинации элементов также возможны и зависят от аналитической задачи. Чтобы избежать перекрестного загрязнения, должны использоваться только чистые химические вещества. Разбавленные растворы следует хранить в чистых PFA-, FEP-фторуглеродных, HDPE или PP бутылках. При концентрациях ниже 1 мг/л (мг/дм^3), стабильность ограничена, и должна быть проверена.

6.9 Элементный раствор сравнения (внутренний стандарт)

Sc, Y или Lu обычно используют в качестве элемента сравнения (внутреннего стандарта). Необходимо использовать концентрацию элемента сравнения 5 мг/л (мг/дм^3)в растворе азотной кислоты (6.3). Эта же концентрация должна быть добавлена к холостым калибровочным растворам, растворам контроля качества и тестируемым растворам.

7 Инструментальная часть

ИСП атомно-эмиссионный спектрометр состоит из системы ввода образца, плазмы (в качестве источника возбуждения), оптической системы, детектора и компьютера. Система ввода образца обычно состоит из перистальтического насоса для подачи пробы в распылитель, распылителя и камеры распыления. Наиболее распространенными распылителями являются концентрический распылитель [например Meinhardt[2]], распылитель поперечного потока, распылитель с *V*-образной проточкой (Бабингтон[3]) с возможностью самовсасывания для первых двух, но обычно для подачи

[2] Meinhardt является примером подходящего коммерчески доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей этого документа и не является одобрением ИСО этих продуктов.

[3] Babington является примером подходящего коммерчески доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей этого документа и не является одобрением ИСО этих продуктов.

образца используется насос. Они изготавливаются из стекла, кварца или пластмассы.

Кроме того, многие типы распылительных камер применяются в коммерческих системах. Наиболее распространенной, за исключением шарикового и циклонного типа, является тип Скотта[4], где двойные концентрические трубки отделяют более крупные капли от мелкодисперсного аэрозоля, который поступает в плазменный факел.

Факел состоит из трех концентрических трубок (Fassel[5] тип). Наиболее широко используемым для его изготовления материалом является кварц. Трубка ввода образца или инжекторная трубка может быть изготовлена из устойчивых к плавиковой кислоте (HF) материалов, например оксида алюминия или платины. Расход плазменного газа и вспомогательного газа зависит от типа конструкции и составляет около 10 – 20 и 0 – 3 л/мин ($дм^3$/мин), соответственно.

Ближе к концу факела устанавливается охлаждаемая водой катушка с пятью обмотками, по которой проходит высоко переменный ток для возбуждения плазмы. Частоты, используемые производителями, различаются и варьируют в диапазоне от приблизительно от 27 до 56 МГц при мощности от 600 до 2000 Вт.

Излучение плазмы можно наблюдать либо сбоку (радиальный вид) или из центральной оси симметрии факела (осевой, или аксиальный, вид). Для многих элементов, аксиальные приборы обеспечивают более низкие пределы обнаружения (до 10 раз, но помехи могут быть более серьезными).

Спектральные линии измеряются и регистрируются как последовательным, так и одновременным (параллельным) методом. Используются как классические дифракционные полихроматоры, так и управляемые компьютером устройства.

Примечания:

1 Компьютеризированная регистрация интенсивности света от нескольких линий элемента переводится в концентрации с использованием соответствующих программных пакетов от производителя прибора.

2 Детали различной приборной конструкции можно найти в Ссылках [9], [10], [11].

8 Методика

8.1 Подготовка посуды

Вся посуда, используемая при определении концентраций микроэлементов, должна быть тщательно очищена перед использованием, например, путем погружения в 5 %-ный водный раствор (*v*/*v*) азотной кислоты в течение не менее 6 ч с последующей промывкой водой (6.1) перед использованием. Азотная кислота должна заменяться каждую неделю.

8.2 Параметры работы прибора

Из-за различий между различными моделями приборов, в рамках настоящего стандарта невозможно дать никаких подробных инструкций, по управлению конкретным прибором. Необходимо соблюдать инструкции, предоставляемые производителем для времени ожидания, стабильности прибора, скоростей потока газа, режима плазмы и распылителя, скорости подачи образцов и т.д.

Следующие параметры прибора должны быть оценены с типичными матричными концентрациями (растворов):

- выбор соответствующей длины волны определяемого элемента;
- рабочий диапазон и линейность;
- долгосрочная и краткосрочная стабильности, относительное стандартное отклонение (*RSD*) измерений;
- предел обнаружения метода для каждого определяемого элемента и каждого типа образца, (*MDL*);
- проверка межэлементной коррекции;
- проверка процедуры для коррекции спектральных помех;
- время промывки между образцами и стандартами;
- фоновая эквивалентная концентрация, (*BEC*).

Параметры измерительного оборудования должны быть проверены с помощью соответствующих процедур контроля качества перед измерением тест-образцов (настройка).

[4] Scott является примером подходящего коммерчески доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей этого документа не является одобрением ИСО этих продуктов.

[5] Fassel является примером подходящего коммерчески доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей этого документа и не является одобрением ИСО этих продуктов.

8.3 Оптимизация прибора

Для достижения максимального отношения сигнала к фону наименее чувствительных элементов, таких как As, Se Pb и Tl, необходимо следовать инструкциям производителя по условиям эксплуатации. Скорости потоков газа должны быть стабилизированы и контролироваться, например, с помощью регуляторов массового потока.

8.4 Юстировка спектрометра

8.4.1 Общая информация

Устанавливают прибор в соответствии с инструкциями производителя и зажигают плазму. Необходимо убедиться, что критерии конфигурации и установки прибора удовлетворяют безопасности и аналитическим требованиям (например, условия в лаборатории, электропитание, вытяжная система). Плазма должна стать термически стабильной перед началом измерения (обычно время стабилизации перед калибровкой составляет не менее 30 мин).

8.4.2 Программная разработка метода, выбор длины волны

При разработке метода следуют инструкциям изготовителя прибора. Выбирают спектральные линии на основе информации (предел обнаружения, спектральные помехи), имеющейся в литературе (например, в атласе линий излучения), компьютерной библиотеки спектрометра и настоящего стандарта (таблица 1 и таблицы В.1 – В.3).

Примечание – Данная информация предназначена в качестве руководства для указания потенциальных помех. На других приборах с иным спектральным разрешением могут проявляться иные помехи.

При работе с неизвестной матрицей проверяют длины волн каждого измеряемого элемента на возможные помехи путем изучения в области характеристической линии. Если имеют место спектральные помехи (в виде частичного перекрытия линий, совпадения линий), то измерение проводят на другой длине волны. Если это невозможно, осуществляют коррекцию помех математическими процедурами (например, с помощью метода межэлементной коррекции, многокомпонентной спектральной подгонки.

Для определения микроэлементов с помощью метода ИСП-АЭС необходима коррекция фона. Фон должен быть измерен в областях спектра, смежных к линиям определяемого элемента (аналита) образца в процессе анализа. Позиция, выбираемая для измерения фоновой интенсивности на одной или обеих сторонах линии аналита, определяется сложностью спектра примыкающего к анализируемой линии. Позиция должна быть свободна от спектральных помех и отражать те же изменения интенсивности фона, что и на длинах волн анализируемого элемента.

8.4.3 Корректировка длины волны, оптимизация условий измерения

Приборная оптика часто требует калибровки длин волн [например, перепрофилирования с помощью опорной (стандартной) линии или путем расчета смещения специальной линии настройки] после включения ИСП-АЭС. Процедура обязательна для используемых приборов, и, следовательно, должна соответствовать практике, рекомендуемой производителем.

Целью оптимизации условий измерения является поиск наилучших чувствительности и точности для набора линий, которые будут использоваться. Эффективность излучения связана, помимо других параметров, с температурой плазмы, которая является функцией ВЧ мощности, расходом газа аргона и высотой наблюдения (для радиально-просматриваемой плазмы). Кроме того, на сигнал и фон оказывают воздействие тип распылителя и скорость поглощения образца. Оптимизация для многоэлементного анализа включает в себя изменение параметров, которые влияют как на интенсивность сигнала, так и фона (например, ВЧ-мощности), что приводит к компромиссным условиям. Для специальных процедур (например, выравнивания положения плазмы относительно детектора), следует обращаться к руководству изготовителя прибора.

8.4.4 Долговременная стабильность

Оценка долговременной стабильности (один день, несколько часов) осуществляется путем измерения дрейфа показаний прибора. Для компенсации дрейфа проводится общепринятая процедура по методу элемента сравнения (с использованием внутреннего стандарта). Возможный дрейф также может быть обнаружен путем анализа калибровочного стандарта или образца контроля качества через регулярные промежутки времени между образцами. С помощью этих измеренных значений, видимый дрейф показаний прибора может быть компенсирован математическими методами. Необходимо проверять поведение каждого прибора индивидуально.

8.4.5 Предварительная проверка инструмента

Воспроизводимость и чувствительность системы проверяют ежедневно. Точность повторных измерений должна быть ниже 1 % (*RSD*).

Примечание – Это может быть сделано путем измерения 1 мг/л (мг/дм^3) раствора марганца в минимумом пятикратной повторности, с выбранным временем интегрирования.

Состояние распылителя, устойчивость поддержания скорости подачи образца перистальтическим насосом, скорость подачи газа, высота наблюдения, состояние факела и т. д., контролируют перед измерением образцов.

8.5 Методы калибровки

Доступны три метода калибровки:

a) стандартный метод калибровки с уравниванием или без уравнивания матрицы в калибровочных растворах;

b) метод интерполяции;

c) метод стандартных добавок.

Наиболее важным является стандартный метод калибровки, где интенсивности излучения (эмиссии) линий определяемого элемента измеряются в калибровочных растворах и испытуемых образцах. В неизвестном растворе образца концентрации рассчитывают с помощью линейного калибровочного графика. Для установки диапазона калибровки должна быть проверена линейность в широком диапазоне концентраций. Линии щелочных элементов, в частности, страдают от нелинейности калибровочных графиков за счет ионизации и эффектов самопоглощения и могут быть вычислены с помощью линий регрессии, соответствующих кривым аппроксимации второго порядка.

Должны использоваться свежеприготовленные калибровочные стандарты при анализе каждой серии образцов. Все кислоты, соли, буферные растворы, детергенты и ферменты, которые присутствуют в растворе образца, должны также присутствовать в калибровочных растворах в той же концентрации. Использование эталонного элемента (внутреннего стандарта) настоятельно рекомендуется. Он должен быть добавлен к калибровочным растворам. Эталонный элемент не должен присутствовать в образце. Следовательно, только незначительные или очень низкие концентрации его должны изначально присутствовать в экстрактах или растворах после кислотного разложения.

Минимум четыре калибровочных стандарта с эквидистантными концентрациями анализируемого вещества должны охватывать диапазон калибровки. Если применяется калибровка только по двум точкам с использованием холостого раствора и калибровочного стандарта с высокой концентрацией, то должна быть проверена линейность. Точность концентрации этого калибровочного раствора должна быть гарантирована.

В почвенных экстрактах, особенно в полученных с помощью «царской водки», распространенные элементы, такие как Al, Na, K, Ca, Mg, Ti и Fe также могут быть извлечены совместно с микроэлементами, в результате чего суммарная концентрация элементов достигает нескольких сотен миллиграмм на литр (миллиграмм на кубический дециметр). Эффективность выбранного метода компенсации спектральных помех, вычитания фона, помех при подаче пробы должна быть проверена с помощью анализа контрольных образцов и образцов контроля помех. В противном случае в калибровочные растворы вводятся матричные элементы, присущие типу каждой партии образцов. Если это неосуществимо, должен использоваться метод стандартных добавок.

8.6 Подготовка растворов

8.6.1 Общая информация

Для анализа необходимы два типа холостых растворов: холостой калибровочный раствор (8.6.2) и холостой тест-раствор (8.6.3), который готовится одновременно с испытуемым образцом.

8.6.2 Холостой калибровочный раствор

Этот раствор готовится добавлением такого же количества кислоты, концентрации буферного раствора или концентрации соли, как и в калибровочном растворе и растворе испытуемого образца. Необходимо подготовить достаточное количество для промывки системы между стандартами и образцами, а также для использования в качестве образца контроля качества. В случае применения эталонного элемента (внутреннего стандарта), добиваются такой же его концентрации, как и в используемых стандартах и образцах [5 мг/л (мг/дм^3)].

8.6.3 Холостой тест-раствор

Этот раствор готовится в процессе экстракции или растворения образца. Холостой опыт проводят, в то же время, что и экстракцию или растворение образцов почвы согласно той же процедуре подготовки проб, с теми же количествами всех реагентов, взятых для анализа, но без самой пробы почвы. Если используют раствор эталонного элемента (внутренний стандарт), то его добавляют в тех же количествах, что и в стандартах и образцах.

Контрольный опыт проводят, в то же время, что и экстракцию или разложение образца почвы, согласно той же процедуре.

8.6.4 Калибровочные растворы

Смешанные калибровочные растворы, перекрывающие диапазон измеряемых концентраций, готовят путем объединения соответствующих объемов основных (запасных) растворов в мерных колбах. Следует соблюдать осторожность при приготовлении смешанных калибровочных растворов, чтобы гарантировать совместимость и стабильность элементов. Добавляют соответствующие объемы кислот и/или растворов, используемых для экстракции почвы таким образом, чтобы матрица калибровочных растворов соответствовала матрице растворов образцов. Доливают воду или кислоту в мерные колбы до метки для выравнивания кислотности с растворами образцов.

Выравнивание матриц холостого калибровочного раствора и калибровочных растворов относительно основных компонентов, таких как Al, Ca, Fe, K, Mg и Na рекомендуется, если в растворе образца наблюдают высокие концентрации этих элементов.

В качестве внутреннего стандарта обычно используют Sc, Y или Lu. Если используют метод эталонного элемента, внутренний стандарт должен быть добавлен ко всем калибровочным растворам, раствору контроля качества и растворам образцов, в таком количестве, чтобы все растворы содержали эталонный элемент в одинаковой концентрации.

8.6.5 Растворы образцов

Проводят подготовку проб для получения образца в соответствии с ISO 11466, ISO 14870, ISO 14869-1 или ISO 14869-2, или, в случае необходимости, с помощью других стандартов.

8.7 Процедура измерения

После стабилизации прибора и проверки стабильности условий (8.4), проводят измерения на холостом калибровочном и калибровочных растворах, поверочном калибровочном растворе (8.4.5), холостом тест-растворе и растворах образцов, а также на растворах контроля качества. Время промывки между растворами должно быть достаточно длительным, чтобы избежать загрязнения следующего раствора.

Во время измерения методом ИСП-АЭС разница температуры растворов для калибровки, контроля качества и испытуемых образцов должна быть в пределах 2 °С.

После достаточной задержки (зависящего от стабильности скорости подачи образца), интенсивность излучения раствора регистрируют и записывают, по меньшей мере, дважды, и, если значения лежат в приемлемом диапазоне, их усредняют.

Примечание – Определение приемлемого диапазона выходит за рамки настоящего стандарта. Тем не менее, пользователю следует повторно посмотреть раздел 4, касающийся процедур контроля качества. Какая бы процедура контроля качества не применялась в лаборатории, она должна соответствовать устоявшейся практике, включающей использование сертифицированных стандартных образцов (ГСО), внутрилабораторных сравнительных материалов (внутренних стандартов), проверке точности калибровки, скорости восстановления пиков спектрометрируемых образцов, проверке линейности, контрольных картах и других мерах.

Если необходимо произвести испытания образца неизвестного типа, то концентрации элементов определяют по методу стандартных добавок. Если результаты анализа в соответствии с методом стандартных добавок и методом с использование стандартной калибровочной кривой равны, то можно применять последний метод.

9 Расчет результатов

Ссылаясь на полученный калибровочный график, программное обеспечение вычисляет концентрации каждого элемента, соответствующие интенсивностям раствора испытуемого образца (8.6.5) и холостого раствора (8.6.3). Массовую долю w элемента E в образце вычисляют с помощью уравнения (1)

$$w_E = \frac{(\rho_1 - \rho_0)}{m} f \cdot V \cdot C,$$

где w_E – массовая доля элемента E в образце, мг/кг сухого вещества;

ρ_1 – концентрация элемента, мг/л (мг/дм^3), соответствующая раствору испытуемого образца;

ρ_0 – концентрация элемента, мг/л (мг/дм^3), соответствующая холостому раствору;

f – коэффициент разбавления испытуемого образца (если применяется);

V – объем пробы, взятый для анализа, мл (см^3), например, 100 мл (см^3) для экстракции с помощью «царской водки» в соответствии с ISO 11466;

m – масса образца, г;

C – поправочный коэффициент для сухого образца почвы: C=100/w_{dm};

w_{dm} – содержание сухого вещества в почве, выраженное в массовой доле (%) в соответствии с ISO 11465.

10 Точность измерения

Во время проведения межлабораторных испытаний, проведенных в Нидерландах в 2005 году, были получены данные, приведенные в таблице А.1. Таблицы А.2 и А.3 содержат данные из аттестационных испытаний, проведенных в Германии в 2004 и 2005 годах. Повторяемость и воспроизводимость были рассчитаны в соответствии с принципами ISO 5725-2.

11 Выражение результатов

Неопределенность измерения полученных результатов должна отражать результаты измерения контроля качества, и включать отклонение между отдельными показаниями для исследуемого образца. В общем, значения не должны выражать степень точности более чем тремя значащими цифрами. Округление значений будет зависеть от статистики процедуры контроля качества, упоминавшейся ранее, и требований анализа.

Пример

w_{Cd}=8,54 мг/кг;

w_{Cd}=12,6 мг/кг.

12 Протокол испытаний

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полную идентификацию образца;

c) ссылку на используемый метод;

d) результаты определения;

e) любые детали, не указанные в настоящем стандарте, или которые являются дополнительными, так же как и любые факторы, которые могут оказать влияние на результаты.

Приложение А
(справочное)

Воспроизводимость и точность результатов

Таблица А.1 – Воспроизводимость и точность результатов определения микроэлементов в экстрактах почв, полученных с помощью «царской водки», измеренных методом ИСП-АЭС

Образец	Элемент	N_{lab}	N_{res}	w_E	V_r	V_R	S_r	S_R
PD 152b	As	8	474	43,4	6,2	9,5	2,7	4,1
PD 152b	Ba	7	406	800,0	6,0	9,1	48	73
PD 152b	Cd	8	475	8,0	5,8	8,0	0,5	0,6
PD 152b	Co	6	357	18,4	7,4	9,8	1,4	1,8
PD 152b	Cr	8	474	180	7,0	8,9	13	16
PD 152b	Cu	8	475	154	5,5	7,1	8	11
PD 152b	Ni	8	476	52	6,4	8,9	3,3	5
PD 152b	Pb	8	454	268	5,2	8,7	14	23
PD 152b	Zn	8	475	969	5,4	7,2	52	69

N_{lab} – количество лабораторий после исключения выбросов;
N_{res} – количество результатов;
w_E – содержание элемента (Е) в образце, мг/кг сухого вещества;
V_r – относительное стандартное отклонение повторяемости, %;
V_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %;
S_r – предел повторяемости, мг/кг;
S_R – предел воспроизводимости, мг/кг.

Таблица А.2 – Воспроизводимость и точность результатов 10-й BAM PT-схемы 2004 для определения микроэлементов в экстрактах почвы, полученных с помощью «царской водки», измеренных методом ИСП-АЭС, рассчитанные в соответствии с ISO 5725-2

Образец	Элемент	N_{lab}	N_{res}	w_E	V_r	V_R	S_r	S_R
10-N1	As	32	64	32,9	2,2	12,2	0,71	4,01
10-N2	As	24	48	28,6	2,3	7,1	0,66	2,02
10-N3	As	56	112	15,9	2,6	7,2	0,41	1,15
10-N1	Cd	34	68	25,7	1,6	6,2	0,4	1,58
10-N2	Cd	31	62	21,2	2,6	6,4	0,54	1,35
10-N3	Cd	53	106	0,45	5,8	21,2	0,026	0,095
10-N1	Cr	48	96	395	1,6	8,3	6,4	32,74
10-N2	Cr	40	80	311	2,0	6,1	6,07	19,01
10-N3	Cr	87	174	124	2,5	9,0	3,09	11,11
10-N1	Cu	45	90	599	1,3	4,2	7,7	24,91
10-N2	Cu	40	80	784	1,4	5,0	10,94	39,16
10-N3	Cu	90	184	79	3,3	12,0	2,61	9,41
10-N1	Ni	46	92	206	2,0	5,9	4,02	12,2
10-N2	Ni	39	78	169	2,0	6,0	3,47	10,18
10-N3	Ni	84	168	32	3,7	23,5	1,17	7,52
10-N1	Pb	41	82	261	1,6	5,8	4,04	15,2
10-N2	Pb	39	78	235	2,5	6,4	5,79	15,06
10-N3	Pb	87	174	201	3,3	7,1	6,61	14,2
10-N1	Zn	45	90	248	1,5	6,9	35,89	170,4
10-N2	Zn	39	78	2113	2,0	6,0	41,4	127,52
10-N3	Zn	89	178	203	2,5	6,4	5,13	12,93

N_{lab} – количество лабораторий после исключения выбросов;
N_{res} – количество результатов;
w_E – содержание элемента (Е) в образце, мг/кг сухого вещества;
V_r – относительное стандартное отклонение повторяемости, %;
V_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %;
S_r – предел повторяемости, мг/кг;
S_R – предел воспроизводимости, мг/кг.

Таблица А.3 – Воспроизводимость и точность результатов 11-й BAM PT-схемы 2005 для определения микроэлементов в экстрактах почвы, полученных с помощью царской водки, измеренных методом ИСП-АЭС, рассчитанный в соответствии с ISO 5725-2

Образец	Элемент	N_{lab}	N_{res}	w_E	V_r	V_R	S_r	S_R
11-N1	As	62	124	5,9	4,3	27,7	0,25	1,62
11-N2	As	27	54	3,9	4,0	14,8	0,156	0,574
11-N3	As	38	74	2,7	5,7	25,3	0,156	0,689
11-N1	Cd	90	180	12,1	2,0	6,7	0,24	0,81
11-N2	Cd	47	94	8,0	2,1	6,6	0,166	0,522
11-N3	Cd	43	86	6,3	2,1	9,9	0,135	0,624
11-N1	Cr	96	192	899	1,5	6,4	13,09	57,53
11-N2	Cr	51	102	461	2,1	6,0	9,88	27,86
11-N3	Cr	46	92	253	2,9	8,2	7,38	20,77
11-N1	Cu	96	192	271	1,7	5,4	4,67	14,72
11-N2	Cu	49	98	144	1,8	5,9	2,59	8,56
11-N3	Cu	46	92	87	2,8	7,3	2,43	6,29
11-N1	Mn	100	200	83	2,4	9,3	1,97	7,73
11-N2	Mn	53	106	54	2,7	10,6	1,43	5,72
11-N3	Mn	45	90	43	2,9	18,0	1,21	7,64
11-N1	Ni	93	196	43,0	1,8	7,1	0,77	3,07
11-N2	Ni	51	102	25,3	2,7	8,3	0,67	2,09
11-N3	Ni	44	88	17,4	2,4	8,8	0,416	1,52
11-N1	Pb	94	188	227	1,8	7,7	4,03	17,56
11-N2	Pb	48	96	149	2,3	7,9	3,36	11,79
11-N3	Pb	46	92	104	3,0	9,0	3,18	9,42
11-N1	Zn	97	194	690	1,8	6,5	12,06	44,91
11-N2	Zn	50	100	419	2,0	6,5	8,27	27,15
11-N3	Zn	46	92	273	2,4	9,5	6,64	25,81

N_{lab} – количество лабораторий после исключения выбросов;
N_{res} – количество результатов;
w_E – содержание элемента (E) в образце, мг/кг сухого вещества;
V_r – относительное стандартное отклонение повторяемости, %;
V_R – относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %;
S_r – предел повторяемости, мг/кг;
S_R – предел воспроизводимости, мг/кг.

Приложение В
(справочное)

Помехи

Данные о помехах приведены в таблицах В.1 – В.3.

Для получения данных в таблицах В.1 и В.2, использовался прибор Perkin-Elmer Optima 3000 со спектральным разрешением 0,006 нм при длине волны 200 нм. Совпадения линий, которые зависят от спектрального разрешения спектрометра, становятся значимыми только тогда, когда концентрация мешающих элементов и определяемого элемента достигает критического уровня.

Данные, приведенные в таблице В.3, как эквиваленты концентраций анализируемого элемента, были получены на приборе Varian Vista-PRO при стандартных условиях с осевой (аксиальной) плазмой. Каждая лаборатория должна определять эти цифры, по мере необходимости, для конкретного применения метода, так как на помехи влияет выбор коррекции фона, и они, в значительной степени, зависят от условий эксплуатации и положения плазмы.

Таблица В.1 – Спектральные помехи

Элемент	λ, нм	Наложение спектров		Сдвиг фона		Низкое разрешение: возможные помехи	
		Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех
As	193,696			Al	Спад СФ[1]	Fe	Линия на 193,663 нм
				V	Сильный СФ, обусловленный линией на 193,68 нм		
				Ca, Mg, Ti	Сильный СФ		
				Cr, Fe, Mn, Mo	СФ		
As	197,197			Al, Ca, Mg	Сильный СФ		
				Cr, Cu, Fe, Mo, Ti, V	СФ		
Cd	214,438	Fe	Совпадение с линией Fe 214,445 нм	Ca, Cr, Cu, Ni	Слабый СФ	As	Линия на 214,410 нм
						Fe	Линии на 214,390 нм и 214,519 нм
						Mo	Линия на 214,407 нм
						Ti	Линии на 214,361 нм и 214,390 нм
						V	Линия на 214,371 нм
Cd	226,502	Fe	Совпадение с линией Fe 226,505 нм	Ni	Сильный СФ, обусловленный линиями на 226,446 нм и 226,535 нм	Fe	Линии на 226,439 нм, 226,459 нм и 226,599 нм
		Ti	Частичное перекрытие с линией Ti 226,514 нм	Al, As, Ca	Слабый СФ	Mo	Линия на 226,474 нм
Cd	228,802	As	Частичное перекрытие с линией As 228,812 нм	Ni	СФ, обусловленный линиями на 228,765 нм и 228,839 нм	Fe	Линия на 228,763 нм
				Ca, Mg, Ti, V	СФ		
Co	228,616	Ni	Совпадение с линией Ni[2]	Al, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Ti, V	СФ		
		Ti	Совпадение с линией Ti 228,618 нм	Cr	СФ, обусловленный близко расположенными линиями		
Co	230,786	Ni	Частичное перекрытие с линией Ni 230,779 нм	Al, Ca, Cr, Cu, Mg, Mn, Ti, V	СФ	Cr	Линия на 230,72 нм
				Fe	Спад СФ, обусловленный линией на 230,731 нм	Ni	Линия на 230,817 нм

Продолжение таблицы В.1

Элемент	λ, нм	Перекрытие спектров		Сдвиг фона		Низкое разрешение: возможные помехи	
		Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех
Co	238,892	Fe	Частичное перекрытие с линией Fe 238,863 нм	Ca, Cr, Cu, Mg, Mn, Ti	Слабый СФ		
		Ni	Совпадение с линией Ni 238,892 нм				
		V	Совпадение с линией V 238,892 нм				
Cr	205,552	Mo	Частичное перекрытие с линией Mo 205,567 нм	Fe	СФ, обусловленный линией 205,529 нм		
		Ni	Частичное перекрытие с линией Ni 205,550 нм	Al, Ca, Mg, Mn, Ti, V	СФ		
Cr	206,149	Zn	Частичное перекрытие с линией Zn 206,200 нм	Al, Ca, Fe, Mg, Ti, V	Слабый СФ		
Cr	267,716	Mn	Частичное перекрытие с линией Mn 267,725 нм	Mo	СФ и перектытие крыльев спектральных линий (wing overlap), обусловленные линией на 267,648 нм	Fe	Линии на 267,611 нм, 267,688 нм и 267,805 нм
				V	Спад СФ, обусловленный линией на 267,780 нм		
				Al, Ca, Fe, Mg, Ni, Ti	СФ		
Cu	224,700	Fe	Совпадение с линией Fe 224,691 нм	Al, Ca, Mg, Mn, Ni, V	СФ	Fe	Линии на 224,746 нм и 224,769 нм
		Ti	Перекрытие линий 2			Ni	Линия вблизи 224,723 нм 2
Cu	224,700	Fe	Совпадение с линией Fe 224,691 нм	Al, Ca, Mg, Mn, Ni, V	СФ	Fe	Линии на 224,746 нм и 224,769 нм
		Ti	Перекрытие линий [2]			Ni	Линия вблизи 224,723 нм [2]
Cu	324,754			Ca, Fe, Mn, Ti, V	СФ	Fe	Wing overlap с линиями на 324,696 нм, 324,717 нм и 324,739 нм; линия на 324,821 нм
						Cr	Wing overlap с линией на 324,727 нм (при 500 мг/л)
						V	Линия на примерно 324,72 нм [2]

Продолжение таблицы В.1

Элемент	λ, нм	Перекрытие спектров		Сдвиг фона		Низкое разрешение: возможные помехи	
		Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех
Cu	327,396			Al, Cr, Mg, Mn, Ti, V	СФ	Ca	Wing overlap with line at 327,396 нм (at 500 mg/l)
						Fe	Линия вблизи 327,445 нм
						Ti	Wing overlap с линией на 327,405 нм, линия на 327,529 нм (при 500 мг/л)
						V	Линии на примерно 327,42 нм и 327,44 нм [2]
Mn	257,610			Co, Fe	Слабый СФ	Al	Линия на 257,510 нм
						Cr	Линия на 257,580 нм
						Fe	Линия на 257,574 нм
						V	Линия на 257,729 нм
Mn	260,568	Co	Совпадение с линией Co 260,568 нм	Fe	СФ	Co	Линия на 260,612 нм
		Cr	Совпадение с линией Cr 260,561 нм			Fe	Линии на 260,565 нм и 260,542 нм
		Mo	Частичное перекрытие с линией Mo 260,593 нм			Ti	Линия на 260,515 нм
Mn	279,482	Mg	Совпадение с линией Mg 279,553 нм	Ca	Спад СФ, обусловленный линией на примерно 279,55 нм [2]	Mo	Линии на примерно 279,53 нм [2] и 279,55 нм [2]
		Mo	Частичное перекрытие с линией Mo 279,457 нм	Co, Cr, Mo, Ti	СФ	V	Линия на 279,430 нм
		V	Совпадение с линией V 279,483 нм	Fe	СФ, обусловленный линиями на 279,470 нм, 279,500 нм и 279,554 нм		
Mn	294,92	Cr	Частичное перекрытие с линией Cr 294,944 нм	Cr, Mg, Mo, Ti	СФ	V	Линия на 294,963 нм
		Fe	Совпадение с линией Fe 294,921 нм				
		Mo	Частичное перекрытие с линией Mo [2]				
		V	Совпадение с линией V 294,917 нм				

Продолжение таблицы В.1

Элемент	λ, нм	Перекрытие спектров		Сдвиг фона		Низкое разрешение: возможные помехи	
		Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех
Mn	403,075	Cr	Частичное перекрытие с линией Cr 403,068 нм	Al, Ca, V	Малый СФ	Cr	Линия вблизи 403,113 нм
		Fe	Частичное перекрытие с линией Fe 403,049 нм			Mo	Линия на 402,994 нм
		Mo	Частичное перекрытие с линией Mo line (?)			V	Линия вблизи 403,122 нм
		Ti	Частичное перекрытие с линией Ti 403,051 нм				
Ni	221,647			Fe	СФ, обусловленный линиями на 221,706 нм и около 221,6 нм [2]	V	Линия на 221,603 нм
				Al, Ca, Cr, Cu, Mg, Mn, Ti, V	СФ		
Ni	231,604			Fe	СФ, обусловленный линиями на 231,485 нм и 231,738 нм	V	Линия на 231,563 нм
				Al, Ca, Cu, Mg, Mn, Ti, V	СФ		
Ni	232,003	Cr	Совпадение с линией Cr 232,008 нм	Fe	Сильный СФ, обусловленный линиями на 232,031 нм (возможное перектытие крыльев спектральных линий (wing overlap) и 231,854 нм	Mn	Линия на 232,045 нм
		V	Частичное перекрытие с линией V 232,016 нм	Al, Ca, Mg, Mn, Ti	СФ		
Pb	216,999	Fe	Совпадение с линией Fe 216,995 нм	Al, Ca, Co, Cr, Fe, Mg, Mn, Ti, V, Zn	Сильный СФ	Fe	Линия на 217,019 нм
		Mo	Частичное перекрытие с линией Mo 217,02 нм (?)	Cu	Спад СФ, обусловленный линией на 216,953 нм	Mo	Линия на 216,951 нм
		Ni	Частичное перекрытие с линией Ni 216,961 нм				
		V	Частичное перекрытие с линией V 216,985 нм and V 217,007 нм				

Продолжение таблицы В.1

Элемент	λ, нм	Перекрытие спектров		Сдвиг фона		Низкое разрешение: возможные помехи	
		Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех
Pb	220,353	Co	Частичное перекрытие с линией Co 220,343 нм	Al	Спад СФ, обусловленный линией на 220,463 нм	Co	Линия на 220,296 нм
		Ti	Частичное перекрытие с линией Ti 220,361 нм	Ca, Cu, Ni	Сильный СФ	Cr	Линии на 220,28 нм[2] и 220,391 нм
				Cr, Fe, Mg, Mn, Mo, V, Zn	Слабый СФ		
Pb	224,688	Co	Совпадение с линией Co 224,65 нм [2]	Al, Ca, Cr, Mg, Mn, Ni, Ti, V, Zn	Сильный СФ	Ni	Линия вблизи 224,723 нм
		Cu	Совпадение с линией Cu 224,700 нм				
		Fe	Совпадение с линией Fe 224,691 нм				
		Mo	Совпадение с линией Mo 224,695 нм				
		Ti	Частичное перекрытие с линией Ti 224,70 нм				
Pb	261,418	Co	Совпадение с линией Co 261,436 нм	Al, Ni, Ti, Zn	Слабый СФ	Al	Линия на 261,39 нм[2]
		Fe	Совпадение с линией Fe 261,418 нм	Ca, Cr, Cu, Mg, Mn, Mo	Сильный СФ	Cr	Линии вблизи 261,350 нм, 261,457 нм и 261,463 нм
						Mn	Линии на 261,359 нм и 261,404 нм
						Mo	Линии на 261,372 нм и 261,539 нм
						Ni	Линия на 261,519 нм
						Ti	Линия на 261,37 нм*
						V	Линии на 261,441 нм, 261,540 нм и примерно 261,40 нм[2]
Pb	283,306	Fe	Совпадение с линией Fe 283,310 нм	Al, Co, Cu, Ni, Zn	Слабый СФ	Cr	Линии на 283,246 нм, 283,279 нм и 283,339 нм
				Ca, Cr, Mg, Mn, Mo, Ti, V	Сильный СФ	Fe	Линия на 283,244 нм
						Mo	Линии на 283,266 нм и 283,379 нм
						Ti	Линия на 283,266 нм (BG)
Ti	190,801	Co	Частичное перекрытие с линией Co 190,79 нм (?)	Al, Ca	Сильный СФ	Mn	Линия на Л > 190,83 нм (BG)
		Mo	Частичное перекрытие с линией Mo 190,806 нм	Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Zn	СФ	V	Линия на 190,768 нм
		V	Частичное перекрытие с линией V 190,779 нм	Ti	Спад СФ, обусловленный линией на примерно 190,76 нм		

Продолжение таблицы В.1

Элемент	λ, нм	Перекрытие спектров		Сдвиг фона		Низкое разрешение: возможные помехи	
		Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех	Мешающий элемент	Описание помех
Ti	276,787	Mn	Совпадение с линией Mn 276,79 нм[2]	Ca, Co, Cu, Ti	СФ	Al	Линия на примерно 276,75 нм
		Ni	Частичное перекрытие с линией Ni 276,76 нм[2]	Cr	Спад СФ, обусловленный линией на 276,754 нм	Cr	Линии вблизи 276,728 нм и 276,815 нм
				Fe	Спад СФ, обусловленный линией на 276,752 нм	Mn	Линия на 276,745 нм
				Mg	Спад СФ, обусловленный линиями на примерно 276,76 нм[2], 276,835 нм, 276,846 нм	Ti	Линия вблизи 276,820 нм
				Mo	Структурированный фон, обусловленный линиями на примерно 276,76 нм[2] и 276,809 нм		
				V	СФ, обусловленный линией на 276,813 нм		
Ti	351,924	Ti	Совпадение с линией Ti 351,924 нм	Ca	Сильный СФ	Cr	Линия вблизи 351,945 нм
		V	Совпадение с линией V 351,917 нм	Co	Спад СФ, обусловленный линией на 351,835 нм	Fe	Линия на 351,888 нм
				Cr, Fe, Mg, Mn, Mo	СФ	Mo	Линия на 351,857 нм
				Ni	Сильный СФ, обусловленный линиями на 351,863 нм и 351,977 нм		
Zn	202,548	Cr	Частичное перекрытие с линией Cr 202,559 нм	Mg	Спад СФ, обусловленный линией на 202,582 нм	Mo	Линия на примерно 202,58 нм[2]
		Cu	Совпадение с линией Cu 202,548 нм	Al, Ca, Fe, Mn, Mo, Ti, V	Слабый СФ		
		Ni	Частичное перекрытие с линией Ni 202,538 нм				
Zn	206,191	Cr	Частичное перекрытие с линией Zn 206,149 нм	Al, Ca, Fe, Mg, Ti, V	Слабый СФ		
		Mo	Совпадение с линией Mo line at 500 mg/l (b)				
Zn	213,856	Cu	Частичное перекрытие с линией Cu 213,853 нм	Fe	Малый СФ, обусловленный линиями на 213,801 нм и 213,970 нм	Ti	Линия на 213,837 нм
		Fe	Совпадение с линией Fe 213,859 нм	Ca, Mg, Ti, V	Слабый СФ	V	Линия на 213,816 нм
		Ni	Совпадение с линией Ni 213,858 нм				

[1] СФ – параллельный сдвиг фона, если не указано другое.
[2] Нет данных линий в таблицах длин волн.

Таблица В.2 – Выбранные эквиваленты концентраций анализируемого элемента, происходящие от помех при уровнях 100 мг/л и 500 мг/л

Анализируемый элемент	λ, нм	Мешающий элемент	Спектральные помехи	Эквивалент концентрации анализируемого элемента	
				100 мг/дм^3 мешающего элемента	500 мг/дм^3 мешающего элемента
Cd	214,438	Fe	Совпадение линий	0,02 мг/дм^3	0,10 мг/дм^3
Cd	226,502	Fe	Совпадение линий	0,024 мг/дм^3	0,12 мг/дм^3
Cd	226,502	Ti	Частичное перекрытие линий	0,03 мг/дм^3	0,13 мг/дм^3
Cd	228,802	As	Частичное перекрытие линий	3,27 мг/дм^3	15,18 мг/дм^3
Co	228,616	Ti	Совпадение линий	0,18 мг/дм^3	0,86 мг/дм^3
Co	230,786	Ni	Частичное перекрытие линий	0,71 мг/дм^3	3,57 мг/дм^3
Co	238,892	Fe	Частичное перекрытие линий	0,87 мг/дм^3	4,44 мг/дм^3
Co	238,892	Ni	Совпадение линий	0,16 мг/дм^3	0,76 мг/дм^3
Co	238,892	V	Совпадение линий	0,06 мг/дм^3	0,26 мг/дм^3
Cr	205,559	Mo	Частичное перекрытие линий	0,14 мг/дм^3	0,72 мг/дм^3
Cr	205,559	Ni	Частичное перекрытие линий	0,21 мг/дм^3	1,06 мг/дм^3
Cr	267,716	Mn	Частичное перекрытие линий	0,03 мг/дм^3	0,18 мг/дм^3
Cu	224,700	Fe	Совпадение линий	0,10 мг/дм^3	0,53 мг/дм^3
Cu	224,700	Ti	Совпадение линий	0,03 мг/дм^3	0,13 мг/дм^3
Cu	324,754	Cr	Частичное перекрытие линий	0,002 мг/дм^3	0,02 мг/дм^3
Cu	327,396	Ti	Частичное перекрытие линий	0,05 мг/дм^3	0,25 мг/дм^3
Mn	260,568	Co	Совпадение линий	0,10 мг/дм^3	0,45 мг/дм^3
Mn	260,568	Cr	Совпадение линий	0,02 мг/дм^3	0,05 мг/дм^3
Mn	260,568	Mo	Частичное перекрытие линий	0,03 мг/дм^3	0,12 мг/дм^3
Mn	279,482	Mg	Совпадение линий	9,36 мг/дм^3	38,56 мг/дм^3
Mn	279,482	Mo	Частичное перекрытие линий	0,04 мг/дм^3	0,14 мг/дм^3
Mn	279,482	V	Совпадение линий	0,25 мг/дм^3	1,20 мг/дм^3
Mn	294,920	Cr	Частичное перекрытие линий	0,06 мг/дм^3	0,26 мг/дм^3
Mn	294,920	Fe	Совпадение линий	0,06 мг/дм^3	0,23 мг/дм^3
Mn	294,920	Mo	Частичное перекрытие линий	0,02 мг/дм^3	0,07 мг/дм^3
Mn	294,920	V	Совпадение линий	0,57 мг/дм^3	2,72 мг/дм^3
Mn	403,075	Cr	Частичное перекрытие линий	0,11 мг/дм^3	0,53 мг/дм^3
Mn	403,075	Fe	Частичное перекрытие линий	0,011 мг/дм^3	0,53 мг/дм^3
Mn	403,075	Mo	Частичное перекрытие линий	0,02 мг/дм^3	0,06 мг/дм^3
Mn	403,075	Ti	Частичное перекрытие линий	0,73 мг/дм^3	3,54 мг/дм^3
Ni	232,003	Cr	Совпадение линий	2,77 мг/дм^3	13,87 мг/дм^3
Ni	232,003	V	Частичное перекрытие линий	0,12 мг/дм^3	0,48 мг/дм^3
Pb	216,999	Fe	Совпадение линий	0,25 мг/дм^3	1,19 мг/дм^3
Pb	216,999	Mo	Частичное перекрытие линий	1,77 мг/дм^3	8,81 мг/дм^3
Pb	216,999	Ni	Частичное перекрытие линий	0,21 мг/дм^3	1,01 мг/дм^3
Pb	216,999	V	Частичное перекрытие линий	0,36 мг/дм^3	1,62 мг/дм^3
Pb	220,353	Co	Частичное перекрытие линий	0,26 мг/дм^3	1,01 мг/дм^3
Pb	220,353	Ti	Частичное перекрытие линий	0,17 мг/дм^3	0,39 мг/дм^3
Pb	224,688	Co	Совпадение линий	0,31 мг/дм^3	1,30 мг/дм^3
Pb	224,688	Cu	Совпадение линий	5903 мг/дм^3	28980 мг/дм^3
Pb	224,688	Fe	Совпадение линий	6,28 мг/дм^3	32,75 мг/дм^3
Pb	224,688	Mo	Совпадение линий	7,04 мг/дм^3	35,58 мг/дм^3
Pb	224,688	Ti	Частичное перекрытие линий	1,50 мг/дм^3	7,39 мг/дм^3
Pb	261,418	Co	Совпадение линий	23,64 мг/дм^3	117,84 мг/дм^3
Pb	261,418	Fe	Совпадение линий	5,06 мг/дм^3	25,32 мг/дм^3
Pb	283,306	Fe	Совпадение линий	0,18 мг/дм^3	1,32 мг/дм^3
Tl	190,801	Co	Частичное перекрытие линий	0,76 мг/дм^3	3,83 мг/дм^3
Tl	190,801	Mo	Частичное перекрытие линий	0,81 мг/дм^3	4,05 мг/дм^3
Tl	190,801	V	Частичное перекрытие линий	0,40 мг/дм^3	1,94 мг/дм^3
Tl	276,787	Mn	Совпадение линий	1,73 мг/дм^3	8,37 мг/дм^3
Tl	276,787	Ni	Частичное перекрытие линий	0,02 мг/дм^3	0,06 мг/дм^3
Tl	351,924	Ti	Совпадение линий	0,19 мг/дм^3	1,06 мг/дм^3
Tl	351,924	V	Совпадение линий	0,29 мг/дм^3	1,50 мг/дм^3
Zn	202,548	Cr	Частичное перекрытие линий	1,00 мг/дм^3	5,11 мг/дм^3
Zn	202,548	Cu	Совпадение линий	1,08 мг/дм^3	5,43 мг/дм^3
Zn	202,548	Ni	Частичное перекрытие линий	0,18 мг/дм^3	0,90 мг/дм^3
Zn	213,856	Cu	Частичное перекрытие линий	0,43 мг/дм^3	2,18 мг/дм^3
Zn	213,856	Ni	Совпадение линий	0,36 мг/дм^3	1,83 мг/дм^3

Таблица В.3 – Потенциальные помехи и эквиваленты концентрации анализируемого элемента (мг/л), происходящие от помех на нескольких мг/л уровнях для осевой (аксиальной) плазмы (Varian Vista-PRO ™)

Анализируемый элемент	λ, нм	LOQ [a], мг/дм^3	Al 1000 мг/дм^3	Ca 1000 мг/дм^3	Cr 200 мг/дм^3	Cu 200 мг/дм^3	Fe 1000 мг/дм^3	Mg 1000 мг/дм^3	Mn 200 мг/дм^3	Ti 200 мг/дм^3	V 200 мг/дм^3
Алюминий	257,509	2,0	н-п.	—	—	—	—	—	—	—	—
Сурьма	206,834	0,5	—	—	2,5	—	—	—	—	—	—
Мышьяк	188,980	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Барий	455,403	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Бериллий	313,042	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—	0,02
Кадмий	214,439	0,005	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Кальций	315,887	5	—	н-п.	—	—	—	—	—	—	—
Хром	267,716	0,02	—	—	н-п.	—	0,06	—	0,02	—	—
Кобальт	238,892	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—	0,05
Медь	324,754	0,02	—	—	—	н-п.	—	—	—	—	—
Железо	238,204	1	—	—	—	—	н-п.	—	—	—	—
Свинец	220,353	0,02	—	—	—	—	—	—	0 03	—	—
Магний	279,553	1	—	—	—	—	—	н-п.	—	—	—
Марганец	257,610	0,2	—	—	—	—	—	—	н-п.	—	—
Молибден	202,032	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—	0,06
Никель	231,604	0,02	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Фосфор	213,618	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Калий	766,491	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Натрий	589,592	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	1,4
Селен	196,026	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Стронций	407,771	0,02	—	0,03	—	—	—	—	—	—	—
Таллий	190,794	0,1	—	—	—	—	—	—	0,3	—	0,3
Титан	336,122	0,02	—	—	—	0,04	—	—	—	н-п.	—
Ванадий	292,401	0,02	—	—	—	—	—	—	—	0,21	н-п.
Цинк	213,857	0,05	0,08	—	—	0,12	—	—	—	—	—

н-п. неприменимо.

[a] LOQ = предел определения.

Тире означают, что помехи не наблюдались, даже когда мешающие элементы вводились в следующих концентрациях:

Al – 1000 мг/л (мг/дм^3), Cu – 200 мг/л (мг/дм^3), Mn – 200 мг/л (мг/дм^3),
Ca – 1000 мг/л (мг/дм^3), Fe – 1 000 мг/л (мг/дм^3), Ti – 200 мг/л (мг/дм^3),
Cr – 200 мг/л (мг/дм^3), Mg – 1 000 мг/л (мг/дм^3), V – 200 мг/л (мг/дм^3).

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO Guide 32 Калибровка в аналитической химии и использование сертифицированных стандартных образцов	–	*
ISO 3696 Вода для лабораторного использования в аналитических целях. Характеристики и методы тестирования	–	*
ISO 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения	IDT	ГОСТ ИСО 5725-1–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ISO 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений	IDT	ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ISO 11465 Качество почвы. Определение массовой доли сухого вещества и массового отношения влаги. Гравиметрический метод	–	*
ISO 11466 Качество почвы. Извлечение микроэлементов, растворимых в «царской водке»	–	*
ISO 14869-1 Качество почвы. Растворение для определения общего содержания элементов. Часть 1. Растворение с помощью фтористоводородной (плавиковой) и хлорной кислот	–	*
ISO 14869-2 Качество почвы. Растворение для определения общего содержания элементов. Часть 2. Растворение с помощью щелочного сплавления	–	*
ISO 14870 Качество почвы. Экстракция микроэлементов с помощью буферного раствора DTPA	–	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта или гармонизированный с ним национальный (государственный) стандарт страны, на территории которой применяется настоящий стандарт. Информация о наличии перевода данного международного стандарта в национальном фонде стандартов или в ином месте, а также информация о действии на территории страны соответствующего национального (государственного) стандарта может быть приведена в национальных информационных данных, дополняющих настоящий стандарт.

Библиография

[1] ISO 648, *Laboratory glassware – Single-volume pipettes*

[2] ISO 1042, *Laboratory glassware – One mark volumetric flasks*

[3] ISO 11885, *Water quality – Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)*

[4] ISO Guide 30, *Terms and definitions used in connection with reference materials*

[5] ISO Guide 33, *Uses of certified reference materials*

[6] Boumans, PWJM, *Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy,* Part I and II; J. Wiley & Sons, New York, 1987

[7] Thompson, M. and Walsh, J.N., *Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry;* Blackie & Son, Glasgow, 1983

[8] Lawrence, K.E., Rice, G.W. and Fassel, V.A., *Anal. Chem.,* **56** (1984), pp. 289-292

[9] LaFreniere, K.E., Rice, G.W. and Fassel, V.A., *Spectrochim. Acta,* **40B** (1985), pp. 1495-1504

[10] Poussel, E., Mermet, J.M. and Samuel, O., *Spectrochim. Acta,* **48B** (1993), pp. 743-755

[11] Carre, M., Poussel, E. and Mermet, J.M., *J. Anal. Atom. Spectrom.,* **7** (1992), pp. 791-797

[12] van Veen, EH and de Loos-Vollebregt, M.T.C., *Spectrochim. Acta,* **45B** (1990), pp. 313-328

[13] Boumans, PWJM, *Line Coincidence Tables for Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry,* 2nd revised ed. Pergamon, Oxford, 1984

[14] Thomas, P., Metal Analysis, In: *Chemical Analysis of Contaminated Land,* Thompson, KC and Nathanail, CP (eds.), Blackwell Publishing CRC Press, 2003

УДК 631.423:006.86 МКС 13.080.10

Ключевые слова: качество почвы, определение микроэлементов в экстрактах почвы, атомно-эмиссионная спектрометрия индуктивно связанной плазмы (ИСП-АЭС)

Подписано в печать 02.02.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 3,72. Тираж 37 экз. Зак. 261.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru