ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 57165— 2016 (ИСО 11885:2007)**

# ВОДА

## Определение содержания элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

(ISO 11885:2007,
Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES), MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» совместно с Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды» (ЗАО «ЦИКВ»), Закрытым акционерным обществом «РОСА» и Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 октября 2016 г. № 1413-ст

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ИСО 11885:2007 «Качество воды. Определение содержания некоторых элементов методом оптической эмиссионной спектрометрии с применением индуктивно связанной плазмы (ICP-OES)» (ISO 11885:2007 «Water quality. Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)», MOD) путем:

- изменения его структуры. Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА;
- введения дополнительных положений, фраз и слов для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделенных в тексте настоящего стандарта курсивом;
- замены обозначения размерностей физических величин для приведения их в соответствие с ГОСТ 8.417—2002 для Системы «СИ»;
- замены терминов «калибровка» и «калибровочные растворы» соответственно на «градуировка» и «градуировочные растворы» в соответствии с терминологией по ГОСТ Р 52361—2005;
- замены терминов «калибровочная кривая», «калибровочный график» на «градуировочная характеристика»;
- замены термина «аналит» на «определяемый элемент»;
- замены отдельных терминов на их синонимы, а именно «тара, контейнер, сосуд, бутыль» — на обобщающий синоним «емкость»;
- исключения из области применения стандарта галлия, индия и циркония в связи с отсутствием в международном стандарте сведений о валидации метода для этих элементов;
- перенесения абзацев «Предупреждение» и «Важно» в раздел 7 настоящего стандарта;
- переноса таблицы 1 в Приложение ДБ настоящего стандарта;
- исключения пункта 10.4.2 в связи с тем, что метод стандартных добавок не применяется в Российской Федерации;
- переноса раздела 6 в Приложение ДВ настоящего стандарта;
- исключения из раздела Библиография библиографических ссылок, опубликованных в научной литературе на английском языке и в значительной степени утративших актуальность к моменту разработки настоящего стандарта.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДГ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 2007 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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 . . . . . 2
3 Термины и определения . . . . . 3
4 Сущность метода . . . . . 3
5 Отбор проб . . . . . 3
*6 Условия проведения измерений* . . . . . 4
7 *Средства измерений, вспомогательное оборудование,* реактивы, материалы . . . . . 4
8 Подготовка *к проведению измерений* . . . . . 6
9 Проведение измерений . . . . . 9
10 Обработка результатов *измерений* . . . . . 10
*11 Метрологические характеристики* . . . . . 10
*12 Контроль качества результатов измерений* . . . . . 14
*13 Оформление результатов измерений* . . . . . 14
Приложение А (рекомендуемое) Минерализация проб *неочищенной сточной воды для определения олова и титана* . . . . . 15
Приложение В (справочное) *Результаты проведенных межлабораторных сравнительных испытаний* . . . . . 16
Приложение С (справочное) Матрицы образцов для межлабораторных сравнительных испытаний . . . . . 20
*Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта* . . . . . 22
*Приложение ДБ (справочное) Рекомендуемые длины волн и мешающие элементы* . . . . . 24
*Приложение ДВ (справочное)* Мешающие влияния *и способы их устранения* . . . . . 27
Приложение ДГ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте . . . . . 29

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ВОДА

## Определение содержания элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Water. Determination of elements by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

**Дата введения — 2018—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую *(в том числе расфасованную в емкости, минеральную), дистиллированную, природную* (поверхностную, в том числе морскую, *и подземную*) и сточную (*в том числе очищенную*) воды, а также лед и атмосферные осадки и устанавливает *метод измерений массовой концентрации следующих* элементов *атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой без учета разбавления:*

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| алюминия | — | от 0,01 до 50 мг/дм$^3$; | меди | — | от 0,001 до 50 мг/дм$^3$; |
| бария | — | от 0,001 до 50 мг/дм$^3$; | молибдена | — | от 0,001 до 10 мг/дм$^3$; |
| бериллия | — | от 0,0001 до 10 мг/дм$^3$; | мышьяка | — | от 0,005 до 50 мг/дм$^3$; |
| бора | — | от 0,01 до 50 мг/дм$^3$; | натрия | — | от 0,1 до 500 мг/дм$^3$; |
| ванадия | — | от 0,001 до 50 мг/дм$^3$; | никеля | — | от 0,001 до 10 мг/дм$^3$; |
| висмута | — | от 0,05 до 10 мг/дм$^3$; | олова | — | от 0,005 до 5,0 мг/дм$^3$; |
| вольфрама | — | от 0,05 до 10 мг/дм$^3$; | свинца | — | от 0,003 до 10 мг/дм$^3$; |
| железа | — | от 0,05 до 50 мг/дм$^3$; | селена | — | от 0,005 до 10 мг/дм$^3$; |
| кадмия | — | от 0,0001 до 10 мг/дм$^3$; | серебра | — | от 0,005 до 50 мг/дм$^3$; |
| калия | — | от 0,05 до 500 мг/дм$^3$; | серы | — | от 0,05 до 50 мг/дм$^3$; |
| кальция | — | от 0,01 до 50 мг/дм$^3$; | стронция | — | от 0,001 до 50 мг/дм$^3$; |
| кобальта | — | от 0,001 до 10 мг/дм$^3$; | сурьмы | — | от 0,005 до 50 мг/дм$^3$; |
| кремния | — | от 0,05 до 5,0 мг/дм$^3$; | титана | — | от 0,001 до 50 мг/дм$^3$; |
| лития | — | от 0,01 до 50 мг/дм$^3$; | фосфора | — | от 0,02 до 50 мг/дм$^3$; |
| магния | — | от 0,05 до 50 мг/дм$^3$; | хрома | — | от 0,001 до 50 мг/дм$^3$; |
| марганца | — | от 0,001 до 10 мг/дм$^3$; | цинка | — | от 0,005 до 50 мг/дм$^3$. |

**Издание официальное**

*Примечание — Метод определяет массовую концентрацию элементов, находящихся в любом состоянии, виде и валентности в органических и неорганических соединениях (суммарная концентрация).*

*Если измеренная концентрация превышает указанный диапазон, то исходную или подготовленную к анализу пробу можно разбавить, но не более чем в 100 раз.*

Метод может также применяться для *определения указанных элементов* в других *объектах*, например в минерализатах активного ила и осадков сточных вод, полученных в соответствии с ГОСТ Р ИСО 15587-1 или ГОСТ Р ИСО 15587-2, при условии учета мешающих влияний и внесения *при необходимости* поправок. *Метод может применяться и для анализа других элементов, если это предусмотрено конструкцией используемого спектрометра и описано в его Руководстве по эксплуатации.* Пользователю настоящего стандарта следует *провести валидацию метода для этих случаев согласно ГОСТ ISO/IEC 17025.*

Рекомендуемые длины волн и предел количественного определения элементов и мешающие элементы приведены в *Приложении ДБ*.

## 2 Нормативные ссылки

*В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:*

*ГОСТ 17.1.5.05 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков*

*ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия*

*ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия*

*ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия*

*ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия*

*ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия*

*ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия*

*ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия*

*ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия*

*ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия*

*ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий*

*ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры*

*ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой*

*ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования*

*ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб*

*ГОСТ 32220 Вода питьевая, расфасованная в емкости. Общие технические условия*

*ГОСТ Р 8.736 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения*

*ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Термины и определения*

*ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*

*ГОСТ Р ИСО 15587-1 Вода. Минерализация проб смесью соляной и азотной кислот для определения некоторых элементов*

*ГОСТ Р ИСО 15587-2 Вода. Минерализация проб азотной кислотой для определения некоторых элементов*

*ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения*

*ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия*

*ГОСТ Р 56219—2014 (ИСО 17294-2:2003) Вода. Определение содержания 62 элементов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.*

*ГОСТ Р 56237 (ИСО 5667-5:2006) Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах*

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, приведенные в *ГОСТ Р 52361 и ГОСТ Р ИСО 5725-1*.

## 4 Сущность метода

Метод основан на распылении пробы и переносе аэрозоля в плазменную горелку, в которой происходит возбуждение *атомов элементов* в *аргоновой* плазме, индуктивно возбуждаемой радиочастотным полем, приводящее к характеристическому эмиссионному спектру. Интенсивность спектральных линий в получаемом эмиссионном спектре регистрируется детектором, сигналы которого обрабатываются при помощи компьютерной *программы*. Влияние фона учитывают путем его коррекции.

Мешающие влияния, иначе называемые матричными эффектами, *и способы их устранения приведены в приложении ДВ*.

## 5 Отбор проб

*5.1* Отбор проб проводят по *ГОСТ 31861, ГОСТ Р 56237 и ГОСТ 17.1.5.05. При отборе* следует избегать любых загрязнений, это особенно важно для анализа *элементов на уровне их* следовых и ультраследовых *концентраций. Конструкция устройства для отбора проб должна исключать возможность контакта пробы с металлическими частями. Части устройства, контактирующие с пробой, должны быть выполнены из пластика, не загрязняющего пробу элементами и допускающего очистку разбавленной соляной или азотной кислотой. При отборе проб сточных вод допускается использование стеклянных и эмалированных емкостей*.

Массовая концентрация элементов может меняться весьма быстро после отбора проб вследствие сорбции или десорбции. Это исключительно важно, например, в случае бора, висмута, вольфрама, мышьяка, олова, селена, серебра, сурьмы, титана.

*Материал емкости для отбора, хранения и транспортирования проб выбирают в соответствии с требованиями раздела 8.* Подготовка и проверка чистоты емкостей для отбора проб — по 8.1.

5.2 Для определения растворенных форм элементов пробу фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм *как можно скорее после отбора, но не позднее, чем через 4 ч*.

Добавляют 0,5 см$^3$ азотной кислоты (см. 7) на каждые 100 см$^3$ *фильтрата* пробы. *С помощью универсальной индикаторной бумаги определяют* значение pH пробы, которое *должно быть* менее 2, в противном случае добавляют азотную кислоту до *достижения* требуемого значения pH.

При определении элементов, образующих соединения, имеющие тенденцию к осаждению и гидролизу, например висмута, олова, серебра, сурьмы, в отдельную порцию *фильтрата* вносят 1,0 см$^3$ соляной кислоты (см. 7) на каждые 100 см$^3$ *фильтрата. С помощью универсальной индикаторной бумаги определяют* значение pH пробы, которое *должно быть* менее 1; в противном случае добавляют соляную кислоту до *достижения* требуемого значения pH.

*Примечание — При невозможности определения pH пробы рекомендуется добавлять кислоты в два раза больше указанного объема. При подкислении пробы азотной кислотой допускается использовать разбавленную 1:1 азотную кислоту с соответствующим увеличением применяемого объема в два раза.*

5.3 Для определения взвешенных форм элементов измеренный объем пробы воды фильтруют через мембранный фильтр с размером проб 0,45 мкм в течение максимально короткого времени после отбора. Фильтр *с осадком* помещают в контейнер и *хранят до начала анализа*. При этом никакого консервирования не требуется.

5.4 Для определения общего содержания элементов пробу *консервируют* азотной кислотой (см. 7) из расчета 0,5 см$^3$ азотной кислоты на каждые 100 см$^3$ пробы. *С помощью универсальной индикаторной бумаги определяют* значение pH пробы, значение pH *должно быть* менее 2, в противном случае добавляют азотную кислоту до *достижения* требуемого значения pH. *Срок хранения пробы до консервации не должен превышать 24 ч.*

*Примечание — При невозможности определения pH пробы рекомендуется добавлять кислоты в два раза больше указанного объема. При подкислении пробы азотной кислотой допускается использовать разбавленную 1:1 азотную кислоту с соответствующим увеличением применяемого объема в два раза.*

*5.5 Сроки и температурные условия хранения воды, расфасованной в емкости, должны соответствовать требованиям, указанным в ГОСТ 32220.*

## *6 Условия проведения измерений*

*Лаборатории, проводящие анализ, включая требования к испытателям, должны соответствовать требованиям ГОСТ ISO/IEC 17025.*

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Настоящий стандарт не предусматривает ознакомление персонала со всеми проблемами безопасности, связанными с его применением. Обязанностью пользователя является соблюдение соответствующих требований, касающихся безопасности и охраны здоровья, в соответствии с национальным законодательством.

## *7 Средства измерений, вспомогательное оборудование,* реактивы, материалы

Атомно-эмиссионный спектрометр *(далее — спектрометр)* с радиочастотным генератором *для возбуждения индуктивно связанной аргоновой плазмы*, оборудованный распылителем, устройством для контроля скорости потока аргона (масс-флоу контроллер), *монохроматором или полихроматором для выделения спектральных линий,* устройством для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов.

*Примечания*

1 В связи с разнообразием моделей спектрометров невозможно указать приборные настройки и условия проведения измерений, пригодные для всех случаев.

2 *Могут быть использованы распылители различной конструкции, в том числе ультразвуковые.* Последние предпочтительны при необходимости определения низких содержаний элементов, однако, их недостатками является повышенная чувствительность к матричным эффектам, а также меньшая устойчивость по отношению к высокой концентрации растворенных веществ и большее время промывки.

3 *Современные спектрометры выпускаются с системами ввода высококонцентрированных образцов, что позволяет анализировать, например, морские воды без разбавления или с минимальным разбавлением.*

Система подачи аргона высокой чистоты, например более 99,95 %.

*Стандартные образцы (далее — СО) состава растворов элементов с аттестованным номинальным значением массовой концентрации* 1000 мг/дм$^3$ и погрешностью аттестованного значения не более $\pm$ 2 % (для Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn).

*Примечания*

*1* Применяют как одно-, так и многоэлементные *СО или аттестованные смеси (далее — АС) по [1].* Допускаются СО *или АС* состава растворов элементов с другими концентрациями (например, 100 мг/дм$^3$, *а для калия и натрия при приготовлении растворов высоких концентраций — 10 г/дм$^3$*).

*2 СО* стабильны в течение более 1 года, но для гарантии их стабильности следует соблюдать рекомендации изготовителя *по их хранению.*

*3 Для серы, фосфора, бора и кремния допускается использование стандартных образцов состава раствора сульфат-, фосфат-, борат- и силикат-ионов соответственно. При приготовлении растворов по 8.2 следует учитывать, что аттестованное значение этих стандартных образцов обычно выражается в единицах массовой концентрации соответствующих ионов.*

*4 Стандартные образцы некоторых элементов (например, фосфора, серы, бора, кремния) содержат или могут содержать другие элементы (калий, натрий), что необходимо учесть при приготовлении растворов элементов по 8.2.*

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

*Цилиндры мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 или любого другого исполнения по ГОСТ 1770.*

Пипетки *градуированные 1-1-2-0,5;* 1-1-2-1; *1-1-2-5;* 1-1-2-10; 1-1-2-25 *или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.*

Пипетки *с одной отметкой 1-2-10; 1-2-25; 1-2-100 или других исполнений по ГОСТ 29169.*

*Примечание — Допускается использовать:*

- *пипеточные дозаторы, что позволяет готовить градуировочные растворы меньших объемов;*
- *устройства для разбавления проб (дилуторы);*
- диспенсеры переменного объема для кислот.

*Конические колбы* (колбы Эрленмейера), например вместимостью *50 и 100 см$^3$ по ГОСТ 25336 или* реакционный сосуд вместимостью 50 см$^3$ из боросиликатного стекла или политетрафторэтилена, *к которому может быть подключен* обратный холодильник из боросиликатного стекла *по ГОСТ 25336.*

Емкости для отбора и хранения проб и растворов.

*Примечание* — Стабильность проб, *промежуточных, рабочих* и градуировочных растворов *(см. 8.2—8.4)* в значительной степени зависит от материала емкости, *который* должен быть выбран в соответствии со спецификой применения. Для определения элементов в очень низких концентрациях нельзя использовать стекло или поливинилхлорид (ПВХ). Вместо них рекомендуется использовать емкости из перфторалкокси, полифторэтиленпропилена или кварца. Для определения элементов в более высоких концентрациях для *хранения и подготовки* проб допускаются емкости из полиэтилена высокого давления или политетрафторэтилена. В любом случае необходимо проверить приемлемость выбранных емкостей, *например путем анализа фоновых градуировочных растворов (см. 8.4), приготовленных и хранящихся в проверяемых емкостях.*

*Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм. Каждая партия должна быть проверена на чистоту.*

*Устройство для фильтрования с использованием мембранных фильтров.*

*Примечание* — Рекомендуется использовать устройства, выполненные из стекла или политетрафторэтилена, недопустим контакт проб с металлическими частями устройств.

*Устройства, применяемые при минерализации проб (в зависимости от способа минерализации) по ГОСТ Р ИСО 15587-1 и ГОСТ Р ИСО 15587-2.*

Плитка *электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.*

*Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, или вода бидистиллированная или вода деионизованная, или вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501, или вода, полученная с помощью установки для получения воды высокой степени чистоты (далее — вода для анализа), удовлетворяющая требованиям 8.9.*

Азотная кислота *по ГОСТ 4461, х. ч. — для подготовки посуды (см. 8.1); по ГОСТ 11125, ос.ч. — для подготовки проб и приготовления растворов.*

Пероксид водорода *по ГОСТ 10929 с массовой долей основного вещества* 30 %, х.ч.

Примечание — Следует обратить внимание на то, что пероксид водорода часто бывает стабилизирован фосфорной кислотой, что следует иметь в виду при определении фосфора.

Серная кислота *по ГОСТ 14262, ос. ч.*

Соляная кислота *по ГОСТ 14261*, ос. ч.

Аммоний сернокислый *по ГОСТ 3769*, х.ч.

*Универсальная индикаторная бумага.*

*Примечание — Допускается использовать реактивы других марок и квалификаций, в том числе импортные, удовлетворяющие требованиям 8.9.*

## 8 Подготовка *к проведению измерений*

### *8.1 Подготовка емкостей*

*Все используемые для отбора, хранения, транспортирования и анализа проб емкости промывают разбавленной 1:1 азотной кислотой, затем большим количеством водопроводной и (или) дистиллированной воды и ополаскивают 3—4 раза бидистиллированной водой или водой для анализа. Не допускается обрабатывать посуду смесями, содержащими хром.*

*Для анализа ультраследовых количеств элементов (например, чистая озерная или морская вода, вода из специализированных установок очистки и т. п.)* емкости из перфторалкокси, полифторэтиленпропилена или кварца очищают *при необходимости* горячей концентрированной азотной кислотой *(см. 7)* в замкнутой системе *и затем ополаскивают несколько раз водой для анализа (см. 7)*. Непосредственно перед использованием все стеклянные емкости тщательно промывают горячей разбавленной азотной кислотой (см. 8.6) и затем ополаскивают несколько раз водой *для анализа* (см. 7).

Каждую партию мембранных фильтров, наконечников для дозаторов, одноразовых емкостей проверяют на наличие загрязнений, *например анализируя фоновый градуировочный раствор (см. 8.4)*.

### *8.2 Приготовление растворов элементов*

#### 8.2.1 Общие положения

*Рабочие растворы, применяемые для приготовления градуировочных растворов (см. 8.3), могут быть как одно-, так и многоэлементными.* В общем случае, готовя многоэлементные растворы, следует учитывать химическую совместимость и возможность гидролиза компонентов. Особое внимание следует уделить тому, чтобы избежать *нежелательных* химических реакций (например, осаждения). *Примеры приготовления одно- и многоэлементных рабочих растворов из одноэлементных СО приведены в 8.2.2—8.2.9.*

*Допускается приготовление меньшего или большего объема рабочих растворов и/или с иными значениями массовой концентрации элементов по сравнению с 8.2.2—8.2.9 путем пропорционального уменьшения или увеличения объема мерной колбы, аликвот СО или АС состава растворов элементов, азотной и/или соляной кислот.*

*Допускается исключать отдельные элементы из состава многоэлементных рабочих растворов. При необходимости рекомендуется использовать способы приготовления растворов элементов, описанных в пунктах 9.3—9.5 ГОСТ Р 56219—2014.*

Многоэлементные *рабочие* растворы *хранят* в темном *месте при температуре от 2 °С до 8 °С.*

**8.2.2 Многоэлементный *рабочий* раствор А *с номинальной массовой концентрацией 10* мг/дм³ *каждого из следующих элементов:* Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Pb, Li, Mn, Mo, Ni, V, Zn, Bi, W**

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают примерно 25 см³ воды *для анализа* (см. 7). Добавляют 0,5 см³ азотной кислоты (см. 7), вносят пипетками *или дозатором* по 1 см³ стандартных образцов состава растворов каждого *из указанных элементов*, доводят до метки водой *для анализа* (см. 7) *и переносят в емкость для хранения (см. 7).*

*Срок хранения раствора — 1 мес.*

**8.2.3 Многоэлементный *рабочий* раствор В *с номинальной массовой концентрацией каждого из элементов* (Sn, Ti, As, Se, Sb) 10 мг/дм³**

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают примерно 25 см³ воды *для анализа* (см. 7). Добавляют 0,5 см³ соляной кислоты (см. 7) и вносят пипетками *или дозатором* по 1 см³ каждого из *СО состава* растворов элементов (Sn, Ti, As, Se, Sb) (см. 7), доводят до метки водой *для анализа* (см. 7) и переносят в емкость для хранения *(см. 7).*

*Срок хранения раствора — 1 мес.*

***8.2.4 Многоэлементный рабочий раствор С с номинальной массовой концентрацией каждого из элементов (Ba, Be, Sr) 10 мг/дм³***

*В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают примерно 25 см³ воды для анализа (см. 7). Добавляют 0,5 см³ азотной кислоты (см. 7) и вносят пипетками или дозатором по 1 см³ каждого из СО состава растворов элементов (Ba, Be, Sr) (см. 7), доводят до метки водой для анализа (см. 7) и переносят в емкость для хранения (см. 7).*

*Срок хранения раствора — 2 мес.*

**8.2.5 *Рабочий* раствор D *с номинальной массовой концентрацией серебра* 1 мг/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ помещают примерно 250 см$^3$ воды *для анализа* (см. 7). Добавляют 5 см$^3$ азотной кислоты и 10 см$^3$ соляной кислоты (см. 7) для стабилизации серебра в форме $[AgCl_2]^-$ и вносят пипеткой *или дозатором 1* см$^3$ *СО состава* раствора серебра (см. 7), доводят до метки водой *для анализа* (см. 7) и переносят в емкость для хранения из темного стекла.

*Срок хранения раствора — 14 сут.*

**8.2.6 Рабочий раствор E *с номинальной массовой концентрацией бора* 10 мг/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают примерно 25 см$^3$ воды *для анализа* (см. 7). Добавляют 0,5 см$^3$ азотной кислоты (см. 7) и вносят пипе*ткой или дозатором 1* см$^3$ *СО состава* раствора бора (см. 7), доводят до метки водой *для анализа* (см. 7) и переносят в емкость для хранения *(см. 7).*

*Срок хранения раствора — 2 мес.*

*Примечания*

*1 Рекомендуется использовать мерные колбы* из полимерных материалов.

*2* Присутствие бора значительно увеличивает время промывки системы ввода проб. Во избежание получения ошибочных результатов рекомендуется его концентрацию в градуировочных растворах поддерживать на максимально возможном низком уровне.

*3 При использовании стандартных образцов состава борат-ионов массовую концентрацию бора в приготовленном растворе следует пересчитать и соответственно необходимо увеличить объем применяемого СО.*

**8.2.7 Многоэлементный *рабочий* раствор *F с номинальной массовой концентрацией каждого из элементов* (Ca, Mg, Na, K) 100 мг/дм$^3$**

В мерную колбу вместимостью *100* см$^3$ отбирают пипетками *или дозатором* по *10* см$^3$ *СО состава* раствора элементов (Ca, Mg, Na, K) (см. 7), добавляют *0,5* см$^3$ азотной кислоты (см. 7), доводят до метки водой *для анализа* (см. 7) и переносят в емкость для хранения *(см. 7).*

*Срок хранения раствора — 2 мес.*

***8.2.8 Многоэлементный рабочий раствор с номинальной массовой концентрацией каждого из элементов (P, S) 100 мг/дм$^3$***

*В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ отбирают пипетками или дозатором по 10 см$^3$ СО состава раствора элементов (P, S) (см. 7), добавляют 0,5 см$^3$ азотной кислоты (см. 7), доводят до метки водой для анализа (см. 7) и переносят в емкость для хранения (см. 7).*

*Срок хранения раствора — 2 мес.*

*Примечание — При использовании стандартных образцов состава сульфат- и фосфат-ионов массовую концентрацию серы и фосфора в приготовленном многоэлементном растворе следует пересчитать и соответственно увеличить объем применяемого СО.*

***8.2.9 Рабочий раствор Si с номинальной массовой концентрацией кремния 10 мг/дм$^3$***

*В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают примерно 25 см$^3$ воды для анализа (см. 7), вносят пипеткой или дозатором 1 см$^3$ СО состава раствора кремния (см. 7), доводят до метки водой для анализа (см. 7) и переносят в емкость для хранения (см. 7).*

*Срок хранения раствора — 1 мес.*

*Примечания*

*1 Рекомендуется использовать мерные колбы* из полимерных материалов.

*2 При использовании стандартных образцов состава силикат-ионов массовую концентрацию кремния в приготовленном растворе следует пересчитать и соответственно необходимо увеличить объем применяемого СО.*

***8.3 Приготовление градуировочных растворов***

*Массовые концентрации элементов в градуировочных растворах должны быть такими, чтобы обеспечить перекрывание рабочего диапазона спектрометра в соответствии с рекомендациями его изготовителя.*

*Градуировочные растворы готовят путем ступенчатого разбавления стандартных образцов состава растворов элементов (см.7) и/или рабочих растворов (см. 8.2.2—8.2.9), как индивидуальных, так и их смесей. На каждой ступени разбавление рабочего раствора должно быть не более чем в 100 раз. Например, 1 см$^3$ многоэлементного рабочего раствора А (см.8.2.2) разбавляют водой для анализа в мерной колбе вместимостью 100 см$^3$, добавляя перед доведением раствора до метки во-*

*дой для анализа 0,5 см³ азотной кислоты (см. 7). Если при обработке пробы была использована соляная кислота (см. 5.2), то перед доведением раствора до метки добавляют 1 см³ соляной кислоты (см. 7).*

*Срок хранения растворов при температуре от 2 °С до 8 °С (кроме растворов, содержащих серебро и легко гидролизующиеся элементы) с массовой концентрацией элементов выше 10 мг/дм³ — не более 2 мес; с массовой концентрацией от 1 до 10 мг/дм³ — не более 1 мес; с массовой концентрацией от 0,1 до 1 мг/дм³ — не более 7 сут.*

*Градуировочные растворы, содержащие легко гидролизующиеся элементы и серебро, готовят перед использованием.*

**8.4 Приготовление фонового раствора**

В *мерную колбу вместимостью 100 см³* вносят кислоту *как при приготовлении градуировочных растворов (см.8.3)* и *доводят объем до метки* водой *для анализа* (см. 7).

*Фоновый раствор для градуировки готовят перед использованием.*

***8.5 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации***
***с (HCl) = 0,2 моль/дм³***

*В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500—600 см³ воды для анализа (см. 7), приливают 17 см³ соляной кислоты (см. 7), доводят до метки водой для анализа (см. 7), тщательно перемешивают и переносят в емкость для хранения (см. 7).*

*Срок хранения раствора при температуре окружающей среды — не более 6 мес.*

***8.6 Приготовление 10 %-ного раствора азотной кислоты***

*В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500—600 см³ воды для анализа (см. 7), приливают 100 см³ азотной кислоты (см. 7), доводят до метки водой для анализа (см. 7), тщательно перемешивают и переносят в емкость для хранения (см. 7).*

*Срок хранения раствора при температуре окружающей среды — не более 6 мес.*

**8.7 Подготовка проб *к измерениям***

**8.7.1 *Подготовка проб для* определения массовой концентрации растворенных форм элементов без минерализации**

Для анализа используют подкисленный фильтрат пробы (см. 5.2). Если при подкислении или последующем хранении подкисленной пробы выпадает осадок, то перед началом измерений осадок растворяют, добавляя дополнительное количество кислоты и(или) нагревая пробу.

Перед подготовкой проб льда и снега необходимую для анализа часть пробы предварительно растапливают при комнатной температуре.

**8.7.2 *Подготовка проб для* определения взвешенных форм элементов**

Мембранный фильтр, *через который была профильтрована проба* (см.5.3), переносят в реакционный сосуд или коническую колбу (см. 7) и добавляют 4 см³ азотной кислоты (см. 7) и 4 см³ пероксида водорода (см. 7). Подсоединяют обратный холодильник *или накрывают часовым стеклом* и осторожно нагревают до завершения окисления материала фильтра, о чем свидетельствует почти полное обесцвечивание раствора (возможна лишь слабо-*желтая* окраска). При необходимости дополнительно добавляют по 3 см³ азотной кислоты и пероксида водорода.

Отсоединяют обратный холодильник и упаривают почти досуха (менее 2 см³), охлаждают, добавляют 10 см³ соляной кислоты (см. 7) и 15 см³ воды *для анализа* (см. 7). Осторожно нагревают в течение 15 мин до растворения осадков. Дают раствору охладиться до комнатной температуры, обмывают стенки колбы (сосуда) водой *для анализа* (см. 7) и фильтруют, чтобы избежать засорения распылителя, в мерную колбу подходящего объема (в зависимости от предполагаемого содержания элементов).

*Примечания*

*1* Вместо фильтрования может быть использовано центрифугирование или отстаивание проб в течение *12—16 ч.*

*2* В большинстве случаев пригодны сосуды из боросиликатного стекла, однако при определении низкого содержания элементов, которые легко извлекаются из него, например B, Na, K, Si и Al, следует предпочесть сосуды из кварца, политетрафторэтилена или *аналогичных* материалов.

**8.7.3 *Подготовка проб для* определения общего содержания элементов**

При определении общего содержания элементов проводят минерализацию проб азотной кислотой согласно *ГОСТ Р ИСО 15587-2 или смесью азотной и соляной кислот* согласно *ГОСТ Р ИСО 15587-1*. Следует иметь в виду, что при этом некоторые соединения (например, силикаты или оксид алюминия) *разрушаются* лишь частично *или не разрушаются совсем*.

Подготовка проб при определении олова и титана приведена в А.1 и А.2 *(приложение А)* соответственно.

*Примечания*

*1* Вместо фильтрования может быть использовано центрифугирование или отстаивание проб в течение *12—16 ч*.

*2* При необходимости определения элементов, входящих в состав соединений, не разрушающихся при минерализации по *ГОСТ Р ИСО 15587-1* и *ГОСТ Р ИСО 15587-2*, требуется дополнительная обработка *пробы* фтористоводородной кислотой.

*3* Могут потребоваться особые способы минерализации при определении *олова и титана (приложение А)*.

*4 Допускается не проводить минерализацию проб, если установлено, что результаты анализа необработанной и обработанной проб различаются между собой незначимо. Эта обработка, как правило, не требуется для питьевых и неокрашенных природных вод, в которых отсутствует видимый невооруженным глазом осадок или взвесь, а также при определении растворенных форм элементов.*

***8.8 Подготовка холостой пробы***

*Одновременно с пробами анализируемой воды подготавливают холостую пробу. В качестве холостой пробы используют воду для анализа (см. 7) в тех же объемах, что и проба анализируемой воды с теми же количествами реактивов, используемых для консервации пробы (см. 5.4), которую обрабатывают так же, как и исследуемую пробу (см. 8.7.1—8.7.3).*

***8.9 Контроль чистоты применяемых реактивов***

*Для контроля чистоты применяемых реактивов проводят измерения холостой пробы (см. 8.8) по 9.4. Реактивы считают чистыми, если измеренные значения массовой концентрации определяемых элементов меньше нижней границы установленного диапазона измерений.*

## 9 Проведение измерений

**9.1 Общие положения**

Настраивают параметры спектрометра в соответствии с руководством *(инструкцией)* по эксплуатации *спектрометра*. До начала измерений спектрометр выдерживают во включенном состоянии *и зажженной плазмой* до стабилизации *рабочих параметров в течение времени, указанного изготовителем*.

***9.2 Градуировка спектрометра***

Проводят градуировку спектрометра в соответствии с рекомендациями изготовителя, используя *градуировочные* растворы (*см. 8.3*) *и фоновый раствор (см. 8.4)*. Градуировочная характеристика, как правило, линейна в пределах до *шести порядков величины массовой концентрации*, хотя для некоторых элементов, например щелочных металлов (Li, K, Na), диапазон линейности может быть существенно меньше. В большинстве случаев достаточно использовать только два градуировочных раствора (соответствуют нижней и верхней границе *диапазона градуировочной характеристики*), однако в этом случае контроль *стабильности* градуировочной характеристики следует проводить с *использованием стандартного образца или подходящего образца для внутреннего контроля*, приготовленного независимо от градуировочных растворов (*см. 9.4*).

Систему ввода пробы перед вводом каждого градуировочного раствора промывают фоновым раствором, *добиваясь снижения сигнала спектрометра до фоновых значений*.

*9.3 Устранение мешающих влияний*

*Коррекцию фона при возникновении матричных эффектов и учет взаимного влияния измеряемых элементов проводят при помощи программного обеспечения спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Спектральных наложений (см. ДВ.2.2 (приложение ДВ)) избегают выбором альтернативной длины волны излучения элемента (см. таблицу ДБ.1 приложения ДБ).*

*Расчет поправок, учитывающих возможное влияние мешающих элементов, проводят использованием растворов со значениями массовой концентрации элементов не менее 100 мг/дм$^3$. Выбор точек коррекции фона проводят на наиболее типичных рабочих пробах воды и (или) градуировочных растворах смеси элементов путем измерения интенсивности фонового сигнала с одной или двух сторон спектральной линии элемента. Следует избегать выбора точек коррекции фона для определяемого элемента в области, в которой возможно появление спектральных линий мешающих элементов.*

*9.4 Измерение проб*

После установления градуировочной характеристики измеряют *подготовленные* пробы (см. 8.7) и подготовленную холостую пробу (см. 8.8).

*Перед каждым измерением вводят фоновый раствор, добиваясь снижения сигнала до фоновых значений.*

*Если массовая концентрация элемента в пробе превышает верхнюю границу градуировочной характеристики, то пробу разбавляют водой для анализа (см. 7) с теми же количествами реактивов, используемых для консервации пробы (см. 5.4), которую обрабатывают так же, как и исследуемую пробу (см. 8.7.1—8.7.3), и повторяют измерения для разбавленной пробы. Следует иметь в виду, что для разных элементов может потребоваться различное разбавление.*

*Коэффициент разбавления вычисляют по формуле*

$$f = \frac{V_к}{V_в}, \qquad (1)$$

*где* $V_к$ — *вместимость мерной колбы, использованной при разбавлении подготовленной пробы, см$^3$;*

$V_в$ — *объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления, см$^3$.*

*9.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики в процессе измерений*

*Периодически* (например, после каждых 25 проб) проверяют *стабильность* градуировочной характеристики при помощи анализа стандартного образца или образца для внутреннего контроля.

Градуировочная характеристика признается стабильной, если расхождение между измеренным и опорным значениями массовой концентрации элемента в образце не превышает ± 10 % от опорного значения. В противном случае анализ проб приостанавливают, находят причину несоответствия, после чего заново проводят градуировку спектрометра, используя свежеприготовленные градуировочные растворы *(см. 8.3)*.

## 10 Обработка результатов *измерений*

Массовую концентрацию каждого элемента определяют с помощью программного обеспечения спектрометра, *которое* для каждого элемента выполняет следующие *процедуры*:

- обработку сигналов спектрометра, полученных при измерении проб (см. 9.4), включая коррекцию фона и учет взаимного влияния элементов, и вычисление массовой концентрации элемента с использованием градуировочной характеристики *(см. 9.2)*;
- внесение поправки на величину холостой пробы, *приготовленной по 8.8*,
- учет *коэффициента* разбавления *по формуле (1)*, если пробу перед анализом разбавляли.

## *11 Метрологические характеристики*

*11.1 Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.*

*Таблица 1*

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0,95$) $r_{отн}$, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) $R_{отн}$, % | Показатель точности (границы* относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$, % |
|---|---|---|---|---|
| Алюминий | От 0,01 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Барий | От 0,001 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Бериллий | От 0,0001 до 0,001 включ. | 42 | 56 | 40 |
| | Св. 0,001 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Бор | От 0,01 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Ванадий | От 0,001 до 0,05 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Висмут | От 0,05 до 10 включ. | 24 | 35 | 25 |
| Вольфрам | От 0,05 до 10 включ. | 24 | 35 | 25 |
| Железо | От 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 5,0 включ. | 14 | 21 | 15 |
| | Св. 5,0 до 50 включ. | 11 | 14 | 10 |
| Кадмий | От 0,0001 до 0,001 включ. | 34 | 49 | 35 |
| | Св. 0,001 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 1,0 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 1,0 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Калий | От 0,05 до 1,0 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 1,0 до 500 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Кальций | От 0,01 до 1,0 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 1,0 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Кобальт | От 0,001 до 0,05 включ. | 34 | 49 | 35 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |

*Продолжение таблицы 1*

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0,95$) $r_{отн}$, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) $R_{отн}$, % | Показатель точности (границы* относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$, % |
|---|---|---|---|---|
| Кремний | От 0,05 до 1,0 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 1,0 до 5,0 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Литий | От 0,01 до 0,1 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,1 до 50 включ. | 18 | 28 | 20 |
| Магний | От 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Марганец | От 0,001 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | От 0,5 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Медь | От 0,001 до 0,005 включ. | 42 | 56 | 40 |
| | Св. 0,005 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Молибден | От 0,001 до 0,05 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 0,5 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Мышьяк | От 0,005 до 0,02 включ. | 34 | 49 | 35 |
| | Св. 0,02 до 0,2 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,2 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Натрий | От 0,1 до 1,0 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 1,0 до 500 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Никель | От 0,001 до 0,05 включ. | 34 | 49 | 35 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Олово | От 0,005 до 0,05 включ. | 42 | 56 | 40 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 36 | 25 |
| | Св. 0,5 до 5,0 включ. | 17 | 25 | 18 |
| Свинец | От 0,003 до 0,01 включ. | 42 | 56 | 40 |
| | Св. 0,01 до 0,1 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,1 до 10 включ. | 18 | 28 | 20 |
| Селен | От 0,005 до 0,01 включ. | 34 | 49 | 35 |
| | Св. 0,01 до 0,05 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 0,05 до 10 включ. | 14 | 21 | 15 |

*Окончание таблицы 1*

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0,95$) $r_{отн}$, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) $R_{отн}$, % | Показатель точности (границы* относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$, % |
|---|---|---|---|---|
| Серебро | От 0,005 до 0,05 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,05 до 50 включ. | 17 | 25 | 18 |
| Сера | От 0,05 до 0,5 включ. | 28 | 45 | 32 |
| | Св. 0,5 до 5,0 включ. | 22 | 33 | 24 |
| | Св. 5,0 до 50 включ. | 17 | 25 | 18 |
| Стронций | От 0,001 до 0,05 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 13 | 20 | 14 |
| Сурьма | От 0,005 до 0,05 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,05 до 50 включ. | 18 | 28 | 20 |
| Титан | От 0,001 до 0,01 включ. | 42 | 56 | 40 |
| | Св. 0,01 до 0,1 включ. | 28 | 42 | 30 |
| | Св. 0,1 до 50 включ. | 18 | 28 | 20 |
| Фосфор | От 0,02 до 0,05 включ. | 44 | 59 | 42 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 28 | 45 | 32 |
| | Св. 0,5 до 5,0 включ. | 22 | 33 | 24 |
| | Св. 5,0 до 50 включ. | 18 | 28 | 20 |
| Хром | От 0,001 до 0,05 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 18 | 28 | 20 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 14 | 21 | 15 |
| Цинк | От 0,005 до 0,05 включ. | 34 | 49 | 35 |
| | Св. 0,05 до 0,5 включ. | 24 | 35 | 25 |
| | Св. 0,5 до 50 включ. | 13 | 20 | 14 |

* Установленные численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k = 2$.

*Если полученный результат измерений выше указанных в таблице 1 значений, например, полученный при разбавлении пробы, то значение показателя точности принимаются для того диапазона, в котором проводили измерения разбавленной пробы. Указанные в таблице 1 значения метрологических характеристик приведены с учетом возможного разбавления пробы, но не более чем в 100 раз.*

*11.2 Результаты проведенных межлабораторных испытаний приведены в таблицах В.1—В.3 (приложение В). Информация о составе проб, анализировавшихся участниками, приведена в приложении С.*

## 12 Контроль качества результатов измерений

*12.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6.*

*12.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости, проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подразделы 5.2, 5.3).*

## 13 Оформление результатов измерений

*13.1 За результат измерений принимают результат единичного измерения, полученного в соответствии с 10, или среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений с учетом проверки их приемлемости согласно 12.2.*

*13.2 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.*

*13.3 Результаты измерений содержания элемента в анализируемой пробе X, мг/дм$^3$, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)*

$$X \pm \Delta \quad либо \quad X \pm U, \tag{2}$$

*где* $X$ — *результат измерений, полученный в соответствии с 9.4, мг/дм$^3$;*

$\Delta$ — *граница абсолютной погрешности измерений массовой концентрации элемента для доверительной вероятности P = 0,95, мг/дм$^3$, вычисляемая по формуле*

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \tag{3}$$

*где* $\delta$ — *границы относительной погрешности измерений массовой концентрации элемента для доверительной вероятности P = 0,95 по таблице 1, %;*

$U$ — *расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2, мг/дм$^3$, рассчитываемая по формуле*

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн} \cdot X, \tag{4}$$

*где* $U_{отн}$ — *расширенная неопределенность (в процентах) при коэффициенте охвата k = 2 по таблице 1.*

*13.4 Число десятичных знаков при представлении результата измерений — по ГОСТ Р 8.736, приложение Е.*

*13.5 Если измеренное значение массовой концентрации элемента в пробе оказывается меньше, чем нижняя граница диапазона измерений, то результат измерений для такой пробы представляют, как меньше (<) нижней границы диапазона измерений.*

**Приложение А**
**(рекомендуемое)**

## Минерализация проб *неочищенной сточной воды для определения олова и титана*

### А.1 Минерализация *проб для определения* олова

К 100 см$^3$ гомогенизированной пробы добавляют 1 см$^3$ концентрированной серной кислоты (*см. 7*) и 1 см$^3$ пероксида водорода (*см. 8*). Смесь нагревают до прекращения выделения паров либо на плитке в стакане, либо в *открытой* микроволновой системе.

При неполной минерализации пробы добавляют после охлаждения небольшое количество воды *для анализа* (*см. 7*) и еще 1 см$^3$ пероксида водорода и повторяют нагревание до прекращения выделения паров. Признаком неполной минерализации является наличие *темных частиц в смеси*.

Остаток *после упаривания* растворяют в соляной кислоте (*см. 7*) и разбавляют водой *для анализа* до 100 см$^3$ *в мерной колбе*. Измерения подготовленной пробы проводят по 9.4.

*Аналогично готовят холостую пробу.*

### А.2 Минерализация *проб для определения* титана

К 100 см$^3$ гомогенизированной пробы добавляют 2 г аммония сернокислого (*см. 7*) и 3 см$^3$ концентрированной серной кислоты (*см. 7*). Смесь нагревают при перемешивании до прекращения выделения паров либо на плитке в стакане, либо в *открытой* микроволновой системе.

При неполной минерализации (*наличие видимых темных частиц*) процедуру повторяют.

Остаток *после упаривания* растворяют в воде *для анализа* (*см. 7*) и разбавляют *этой же* водой до 100 см$^3$ *в мерной колбе*. Измерения подготовленной пробы проводят по 9.4.

*Аналогично готовят холостую пробу.*

**Приложение В**
**(справочное)**

## *Результаты проведенных межлабораторных сравнительных испытаний*

Провайдером межлабораторных сравнительных испытаний, проведенных в 2006 году, являлся Центр исследований воды (Мюльхайм, Германия). В них приняли участие 28 лабораторий из 6 стран (Финляндия — 4 лаборатории, Франция — 8 лабораторий, Германия — 8 лабораторий, Норвегия — 4 лаборатории, Швеция — 3 лаборатории, Соединенное королевство Великобритании и Северной Ирландии — 1 лаборатория). Определяли в общей сложности 22 элемента[1)] в образцах питьевой, поверхностной воды и минерализате сточной воды, полученном *участниками* согласно *ГОСТ Р ИСО 15587-1* или *ГОСТ Р ИСО 15587-2*. Результаты приведены в таблицах В.1—В.3. *Описание образцов приведено в приложении С.*

Таблица В.1 — Данные по прецизионности для питьевой воды

| Элемент | $l$ | $n$ | $b$, % | $X_{ass}$, мкг/дм$^3$ | $\bar{X}$, мкг/дм$^3$ | $\eta$, % | $S_R$, мкг/дм$^3$ | $CV_R$, % | $S_r$, мкг/дм$^3$ | $CV_r$ % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Al | 24 | 71 | 4,1 | 120 | 125,3 | 96,7 | 11,8 | 9,8 | 3,4 | 2,9 |
| As | 18 | 54 | 0,0 | 63,3 | 62,5 | 101,2 | 5,41 | 8,6 | 3,68 | 5,8 |
| B | 20 | 60 | 9,1 | 64,1 | 63,6 | 100,9 | 5,21 | 8,1 | 2,23 | 3,5 |
| Ba | 23 | 68 | 4,2 | 330 | — | — | 12,7 | 3,9 | 7,1 | 2,1 |
| Ca | 26 | 76 | 0,0 | 66900 | 66310 | 100,9 | 3806 | 5,7 | 1476 | 2,2 |
| Cd | 23 | 69 | 4,2 | 13,5 | 14,0 | 96,3 | 0,75 | 5,5 | 0,24 | 1,8 |
| Co | 22 | 66 | 4,3 | 19,4 | 20,0 | 96,8 | 0,87 | 4,5 | 0,49 | 2,5 |
| Cr | 23 | 69 | 0,0 | 16,2 | 16,0 | 100,9 | 1,45 | 9,0 | 0,51 | 3,1 |
| Cu | 25 | 74 | 0,0 | 634 | 662,7 | 95,7 | 23,7 | 3,7 | 7,9 | 1,2 |
| Fe | 24 | 72 | 4,0 | 196 | 208,5 | 93,9 | 9,18 | 4,7 | 3,39 | 1,7 |
| K | 21 | 63 | 4,5 | 5490 | 5443 | 100,9 | 317,1 | 5,8 | 126,6 | 2,3 |
| Li | 16 | 48 | 5,9 | 131 | 134 | 97,8 | 14,3 | 10,9 | 3,3 | 2,6 |
| Mg | 26 | 77 | 3,8 | 10160 | 10223 | 99,4 | 266,3 | 2,6 | 122,5 | 1,2 |
| Mn | 27 | 80 | 0,0 | 51,0 | 53,0 | 96,3 | 2,52 | 4,9 | 0,91 | 1,8 |
| Na | 24 | 71 | 0,0 | 49500 | 47720 | 103,8 | 2374 | 4,8 | 777 | 1,6 |
| Ni | 23 | 69 | 0,0 | 25,9 | 26,9 | 96,4 | 1,91 | 7,4 | 0,99 | 3,8 |
| P | 21 | 63 | 4,5 | 884 | 901,6 | 98,0 | 60,4 | 6,8 | 11,5 | 1,3 |
| Pb | 20 | 60 | 0,0 | 18,4 | 20,0 | 92,1 | 2,91 | 15,8 | 1,50 | 8,2 |
| S | 16 | 47 | 11,3 | 19180 | — | — | 895 | 4,7 | 398 | 2,1 |
| Si | 17 | 50 | 10,7 | 3280 | 3269 | 100,2 | 154 | 4,7 | 76,2 | 2,3 |
| Sr | 20 | 59 | 0,0 | 495 | — | — | 21,7 | 4,4 | 7,8 | 1,6 |
| Zn | 23 | 68 | 4,2 | 124 | 127,5 | 97,3 | 6,1 | 4,9 | 2,3 | 1,9 |

*Окончание таблицы В.1*

*Примечания*

*1 В таблице приняты следующие обозначения:*

$l$ — число лабораторий;

$n$ — число значений;

o — процент исключенных результатов;

$X_{ass}$ — приписанное (опорное) значение;

$\bar{\bar{X}}$ — общее среднее;

$\eta$ — выход;

$S_R$ — стандартное отклонение воспроизводимости;

$CV_R$ — *относительное стандартное отклонение* воспроизводимости;

$S_r$ — стандартное отклонение повторяемости;

$CV_r$ — *относительное стандартное отклонение* повторяемости.

*2* Минимальное значение *выхода* 92,1 %, максимальное значение 103,8 %.

*3* Минимальное значение *относительного стандартного отклонения* воспроизводимости 2,6 %, максимальное значение 15,8 %.

*4* Минимальное значение *относительного стандартного отклонения* повторяемости 1,2 %, максимальное значение 8,2 %.

Таблица В.2 — Данные по прецизионности для фильтрованной поверхностной воды

| Элемент | $l$ | $n$ | o, % | $X_{ass}$, мкг/дм$^3$ | $\bar{\bar{X}}$, мкг/дм$^3$ | $\eta$, % | $S_R$, мкг/дм$^3$ | $CV_R$, % | $S_r$, мкг/дм$^3$ | $CV_r$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Al | 24 | 72 | 4,0 | 242 | 248,8 | 97,2 | 15,0 | 6,2 | 4,35 | 1,8 |
| As | 18 | 54 | 0,0 | 143 | 144,2 | 99,2 | 9,25 | 6,5 | 4,83 | 3,4 |
| B | 20 | 60 | 9,1 | 51,0 | 50,5 | 101,0 | 4,54 | 8,9 | 1,63 | 3,2 |
| Ba | 23 | 67 | 4,3 | 431 | — | — | 17,8 | 4,1 | 6,88 | 1,6 |
| Ca | 26 | 76 | 0,0 | 37340 | 37150 | 100,5 | 1960 | 5,3 | 412 | 1,1 |
| Cd | 23 | 69 | 4,2 | 15,5 | 16,0 | 97,1 | 1,18 | 7,6 | 0,37 | 2,4 |
| Co | 22 | 66 | 7,0 | 29,3 | 30,4 | 96,3 | 1,14 | 3,9 | 0,50 | 1,7 |
| Cr | 23 | 69 | 0,0 | 30,2 | 30,5 | 98,9 | 1,75 | 5,8 | 0,62 | 2,1 |
| Cu | 25 | 73 | 1,4 | 802 | 814,4 | 98,5 | 31,1 | 3,9 | 9,31 | 4,6 |
| Fe | 26 | 77 | 3,8 | 302 | 309,9 | 97,4 | 14,6 | 4,8 | 5,69 | 1,9 |
| K | 20 | 60 | 9,1 | 4450 | 4447 | 100,0 | 222 | 5,0 | 68,9 | 1,6 |
| Li | 16 | 48 | 5,9 | 129 | 135,1 | 95,3 | 5,96 | 4,6 | 2,18 | 1,7 |
| Mg | 27 | 80 | 0,0 | 6540 | 6600 | 99,1 | 292 | 4,5 | 89 | 1,4 |
| Mn | 27 | 80 | 0,0 | 129 | 135,1 | 95,3 | 5,96 | 4,6 | 2,18 | 1,7 |
| Na | 24 | 71 | 0,0 | 44410 | 43280 | 102,6 | 2379 | 5,4 | 1013 | 2,3 |
| Ni | 22 | 66 | 4,3 | 52,3 | 53,1 | 98,6 | 3,34 | 6,4 | 1,44 | 2,8 |
| P | 21 | 63 | 4,5 | 1114 | 1066 | 104,5 | 67,2 | 6,0 | 20,0 | 1,8 |
| Pb | 22 | 65 | 0,0 | 57,6 | 60,6 | 95,1 | 5,30 | 9,2 | 1,97 | 3,4 |

*Окончание таблицы В.2*

| Элемент | $l$ | $n$ | o, % | $X_{ass}$, мкг/дм$^3$ | $\bar{X}$, мкг/дм$^3$ | η, % | $S_R$, мкг/дм$^3$ | $CV_R$, % | $S_r$, мкг/дм$^3$ | $CV_r$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| S | 16 | 47 | 11,3 | 12210 | — | — | 605 | 5,0 | 245 | 2,0 |
| Si | 17 | 50 | 10,7 | 2896 | 2803 | 103,3 | 145 | 5,0 | 66,6 | 2,3 |
| Sr | 20 | 59 | 0,0 | 453 | — | — | 16,8 | 3,7 | 8,23 | 1,8 |
| Zn | 24 | 71 | 4,1 | 187 | 197,1 | 94,6 | 9,15 | 4,9 | 2,76 | 1,5 |

*Примечания*

*1* Расшифровка символов — см. таблицу В.1.

*2* Минимальное значение *выхода* 94,6 %, максимальное значение 104,5 %.

*3* Минимальное значение *относительного стандартного отклонения* воспроизводимости 3,7 %, максимальное значение 9,2 %.

*4* Минимальное значение *относительного стандартного отклонения* повторяемости 1,1 %, максимальное значение 4,6 %.

Таблица В.3 — Данные по прецизионности для сточной воды (минерализация по *ГОСТ Р ИСО 15587-1* или *ГОСТ Р ИСО 15587-2*)

| Элемент | l | n | o, % | $X_{ass}$, мкг/дм$^3$ | $\bar{X}$, мкг/дм$^3$ | η, % | $S_R$, мкг/дм$^3$ | $CV_R$, % | $S_r$, мкг/дм$^3$ | $CV_r$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Al | 22 | 66 | 4,3 | 607 | 625,2 | 97,1 | 53,0 | 6,7 | 15,9 | 2,6 |
| As | 17 | 50 | 7,4 | 198 | — | — | 13,7 | 6,9 | 5,87 | 3,0 |
| B | 21 | 62 | 8,8 | 519 | 522,2 | 99,3 | 33,2 | 6,4 | 14,9 | 2,9 |
| Ba | 23 | 68 | 4,2 | 608 | — | — | 29,6 | 4,9 | 10,3 | 1,7 |
| Ca | 23 | 67 | 8,2 | 77800 | 76650 | 101,5 | 3175 | 4,1 | 1056 | 1,4 |
| Cd | 25 | 74 | 0,0 | 56,3 | 60,0 | 93,8 | 3,82 | 6,8 | 1,64 | 2,9 |
| Co | 24 | 71 | 0,0 | 76,0 | 81,6 | 93,1 | 4,19 | 5,5 | 1,19 | 1,6 |
| Cr | 23 | 69 | 6,8 | 98,3 | 103,9 | 94,6 | 5,46 | 5,6 | 3,28 | 3,3 |
| Cu | 23 | 68 | 8,1 | 1957 | 2012 | 97,3 | 86,4 | 4,4 | 27,7 | 1,4 |
| Fe | 25 | 74 | 3,9 | 817 | 878,2 | 93,0 | 47,9 | 5,9 | 14,8 | 1,8 |
| K | 19 | 56 | 9,7 | 21760 | 20870 | 104,3 | 1474 | 6,8 | 331 | 1,5 |
| Li | 17 | 51 | 0,0 | 314 | 313,5 | 100,1 | 36,0 | 11,5 | 6,35 | 2,0 |
| Mg | 26 | 77 | 0,0 | 11820 | 11670 | 101,3 | 763 | 6,5 | 238 | 2,0 |
| Mn | 26 | 77 | 0,0 | 483,3 | 502,8 | 96,1 | 29,21 | 6,0 | 6,21 | 1,3 |
| Na | 23 | 68 | 0,0 | 103710 | 97717 | 106,1 | 6746 | 6,5 | 1630 | 1,6 |
| Ni | 24 | 71 | 4,1 | 192 | 208,7 | 92,1 | 9,78 | 5,1 | 3,00 | 1,6 |
| P | 21 | 63 | 4,5 | 1580 | 1650 | 95,6 | 116 | 7,4 | 35,8 | 2,3 |
| Pb | 22 | 66 | 2,9 | 147 | 163,4 | 89,7 | 10,5 | 7,2 | 4,27 | 2,9 |
| S | 17 | 50 | 5,7 | 43200 | — | — | 2700 | 6,3 | 93 | 2,1 |

*Окончание таблицы В.3*

| Элемент | l | n | o, % | $X_{ass}$, мкг/дм$^3$ | $\bar{X}$, мкг/дм$^3$ | η, % | $S_R$, мкг/дм$^3$ | $CV_R$, % | $S_r$, мкг/дм$^3$ | $CV_r$, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Si | 17 | 50 | 5,7 | 5197 | 5123 | 101,4 | 502 | 9,7 | 135 | 2,6 |
| Sr | 21 | 62 | 0,0 | 642 | — | — | 34,4 | 5,4 | 9,61 | 1,5 |
| Zn | 25 | 74 | 0,0 | 1210 | 1251 | 96,7 | 71,2 | 5,9 | 29,6 | 2,4 |

*Примечания*

*1* Расшифровка символов — см. таблицу В.1.

*2* Минимальное значение *выхода* 89,7 %, максимальное значение 106,1 %.

*3* Минимальное значение *относительного стандартного отклонения* воспроизводимости 4,1 %, максимальное значение 11,5 %.

*4* Минимальное значение *относительного стандартного отклонения* повторяемости 1,3 %, максимальное значение 3,3 %.

**Приложение С**
**(справочное)**

## Матрицы образцов для межлабораторных сравнительных испытаний

### С.1 Питьевая вода

Образец питьевой воды для межлабораторных сравнительных испытаний (*результаты* см. таблицу В.1) был отобран из водопроводной сети города Мюльхайм/Рур, Германия. Образец был подкислен азотной кислотой высокой чистоты до значения pH менее 2. Состав пробы и ее основные характеристики приведены в таблице С.1.

Таблица С.1 — Матрица питьевой воды, использованной для межлабораторных сравнительных испытаний

| Параметр | | Единица измерений | Результат |
|---|---|---|---|
| Значение pH | | | 7,80 |
| Электропроводность (25°C) | | мкСм/см | 670 |
| Кальций | ($Ca^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 66,9 |
| Магний | ($Mg^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 10,2 |
| Натрий | ($Na^{+}$) | мг/дм$^3$ | 49,5 |
| Калий | ($K^{+}$) | мг/дм$^3$ | 5,5 |
| Железо | ($Fe^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 0,20 |
| Хлорид | ($Cl^{-}$) | мг/дм$^3$ | 71 |
| Сульфат | ($SO_4^{2-}$) | мг/дм$^3$ | 57 |
| Нитрат | ($NO_3^{-}$) | мг/дм$^3$ | 18,5 |
| Гидрокарбонат | ($HCO_3^{-}$) | ммоль/дм$^3$ | 2,82 |

### С.2 Поверхностная вода

Образец поверхностной воды для межлабораторных сравнительных испытаний (*результаты* см. таблицу В.2) был отобран из реки Рур в окрестностях города Мюльхайм/Рур, Германия. Образец был гомогенизирован и профильтрован через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. Затем образец подкислен азотной кислотой высокой чистоты до значения pH менее 2. Состав пробы и ее основные характеристики приведены в таблице С.2.

Таблица С.2 — Матрица поверхностной воды, использованной для межлабораторных сравнительных испытаний

| Параметр | | Единица измерений | Результат |
|---|---|---|---|
| Значение pH | | | 7,95 |
| Электропроводность (25 °C) | | мкСм/см | 528 |
| Кальций | ($Ca^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 37,3 |
| Магний | ($Mg^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 6,5 |
| Натрий | ($Na^{+}$) | мг/дм$^3$ | 44,4 |
| Калий | ($K^{+}$) | мг/дм$^3$ | 4,5 |
| Железо | ($Fe^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 0,30 |
| Хлорид | ($Cl^{-}$) | мг/дм$^3$ | 62 |
| Сульфат | ($SO_4^{2-}$) | мг/дм$^3$ | 37 |
| Нитрат | ($NO_3^{-}$) | мг/дм$^3$ | 16,8 |
| Гидрокарбонат | ($HCO_3^{-}$) | ммоль/дм$^3$ | 1,99 |

**С.3 Сточная вода**

Образец сточной воды для межлабораторных сравнительных испытаний (*результаты* см. таблицу В.3) был отобран на выпуске в реку Рейн из очистных сооружений в окрестностях города Леверкузена, Германия. Массовая концентрация взвешенных веществ была очень низкой (менее 50 мг/дм$^3$). Образец был гомогенизирован и затем подкислен азотной кислотой высокой чистоты до значения pH менее 2. Состав пробы и ее основные характеристики приведены в таблице С.3.

Таблица С.3 — Матрица сточной воды, использованной для межлабораторных сравнительных испытаний

| Параметр | | Единица измерений | Результат |
|---|---|---|---|
| Значение pH | | | 8,95 |
| Электропроводность (25 °С) | | мкСм/см | 1685 |
| Кальций | ($Ca^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 77,8 |
| Магний | ($Mg^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 11,8 |
| Натрий | ($Na^+$) | мг/дм$^3$ | 104 |
| Калий | ($K^+$) | мг/дм$^3$ | 21,8 |
| Железо | ($Fe^{2+}$) | мг/дм$^3$ | 0,82 |
| Хлорид | ($Cl^-$) | мг/дм$^3$ | 256 |
| Сульфат | ($SO_4^{2-}$) | мг/дм$^3$ | 129 |
| Нитрат | ($NO_3^-$) | мг/дм$^3$ | 25,3 |
| Гидрокарбонат | ($HCO_3^-$) | ммоль/дм$^3$ | 4,62 |

*Приложение ДА*
*(справочное)*

## *Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта*

ДА.1 Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного международного стандарта ИСО 11885:2007 приведено в таблице ДА.1. Указанное в таблице ДА.1 изменение структуры национального стандарта Российской Федерации относительно структуры примененного международного стандарта обусловлено приведением в соответствие с требованиями, установленными в ГОСТ Р 1.7.

Таблица ДА.1

| Структура настоящего стандарта | | | Структура международного стандарта ИСО 11885:2007 | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Раздел 1 | | | Раздел 1 | | |
| Раздел 2 | | | Раздел 2 | | |
| Раздел 3 | | | Раздел 3 | | |
| Разделы | Подразделы | Пункты | Подразделы | Пункты | Подпункты |
| 3 | — | — | 3.1—3.27 | — | — |
| Раздел 4 | | | Раздел 4 | | |
| Приложение ДБ | | | Раздел 5 | | |
| Приложение ДВ | | | Раздел 6 | | |
| Подразделы | Пункты | Подпункты | Подразделы | Пункты | Подпункты |
| | ДВ.1 | | 6.1 | — | — |
| | ДВ.2 | | 6.2 | — | — |
| | ДВ.3 | | 6.3 | — | — |
| | ДВ.4 | | 6.4 | — | — |
| Раздел 6 | | | — | | |
| Раздел 7 | | | Раздел 7 | | |
| Разделы | Подразделы | Пункты | Подразделы | Пункты | Подпункты |
| 7 | — | — | 7.1—7.9 | — | — |
| 8 | 8.2 | — | 7.10 | — | — |
| | — | 8.2.1 | — | 7.10.1 | — |
| | — | 8.2.2 | — | 7.10.2 | — |
| | — | 8.2.3 | — | 7.10.3 | — |
| | — | 8.2.4 | — | 7.10.4 | — |
| | — | 8.2.5 | — | 7.10.5 | — |
| | — | 8.2.6 | — | 7.10.6 | — |
| | — | 8.2.7 | -- | 7.10.7 | — |
| | 8.4 | — | 7.11 | — | — |

*Окончание таблицы ДА.1*

| Структура настоящего стандарта | | | Структура международного стандарта ИСО 11885:2007 | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Раздел 8 | | | Раздел 8 | | |
| Разделы | Подразделы | Пункты | Подразделы | Пункты | Подпункты |
| 8 | 8.1 | — | 8.1 | — | — |
| 7 | — | — | 8.2—8.11 | — | — |
| Раздел 5 | | | Раздел 9 | | |
| 5 | 5.1 | — | 9.1 | — | — |
| | 5.2 | — | 9.2 | — | — |
| | 5.3 | — | 9.3 | — | — |
| | 5.4 | — | 9.4 | — | — |
| 8 | 8.7 | — | 9.5 | — | — |
| | — | 8.7.1 | — | 9.5.1 | — |
| | — | 8.7.2 | — | 9.5.2 | — |
| 7 | — | — | — | — | 9.5.2.1 |
| 8 | 8.7 | 8.7.2 | — | — | 9.5.2.2 |
| | | 8.7.3 | — | 9.5.3 | — |
| Раздел 9 | | | Раздел 10 | | |
| Разделы | Подразделы | Пункты | Подразделы | Пункты | Подпункты |
| 9 | 9.1 | — | 10.1 | — | — |
| | 9.2 | — | | | |
| | 9.2 | — | 10.2 | — | — |
| | 9.3 | — | | | |
| 10 | 10.1 | — | 10.3 | — | — |
| 9 | 9.4 | — | 10.4 | — | — |
| | 9.5 | — | — | 10.4.1 | — |
| | — | — | — | 10.4.2 | — |
| Раздел 11 | | | — | | |
| Раздел 12 | | | — | | |
| Раздел 13, пункт 13.3 | | | Раздел 11 | | |
| Раздел 13, пункт 13.1 | | | Раздел 12 | | |
| Приложение А | | A.1 | Приложение А | | A.1 |
| | | A.2 | | | A.2 |
| Приложение В | | — | Приложение В | | — |
| Приложение С | | C.1 | Приложение С | | C.1 |
| | | C.2 | | | C.2 |
| | | C.3 | | | C.3 |
| Приложение ДА | | ДА.1 | — | | — |
| Приложение ДГ | | — | — | | — |

*Приложение ДБ*
*(справочное)*

## *Рекомендуемые длины волн и мешающие элементы*

В таблице ДБ.1 приведены рекомендуемые длины волн, предел количественного определения в зависимости от способа регистрации излучения и мешающие элементы. Следует иметь в виду, что значения пределов *количественного определения* зависят от используемого спектрометра и системы ввода пробы, а также от матрицы пробы.

Таблица ДБ.1 — Рекомендуемые длины волн, пределы определения и мешающие *элементы*

| Элемент | Длина волны, нм | Предел *количественного* определения, мкг/дм$^3$ | | Мешающие элементы |
|---|---|---|---|---|
| | | Радиальная регистрация | Аксиальная регистрация | |
| Ag | 328,068 | (20) | (4) | Fe, Mn, Zr |
| | 338,289 | (20) | (10) | Cr, Fe, Zr, Mn |
| Al | 167,079 | 1 | 2 | Fe, Pb |
| | 308,215 | 100 | 17 | Fe, Mn, OH, V |
| | 396,152 | 10 | 6 | Cu, Fe, Mo, Zr |
| As | 188,979 | 18 | 14 | Al, Cr, Fe, Ti |
| | 193,696 | 5 | 14 | Al, Co, Fe, W, V |
| | 197,197 | (100) | 31 | Al, Co, Fe, Pb, Ti |
| B | 182,528 | (6) | — | S |
| | 208,957 | (5) | (7) | Al, Mo |
| | 249,677 | 10 | 5 | Co, Cr, Fe |
| | 249,772 | 4 | 24 | Co, Fe |
| Ba | 230,425 | — | 3 | — |
| | 233,527 | 2 | 0,5 | Fe, V |
| | 455,403 | 6 | 0,7 | Zr |
| | 493,408 | (3) | 0,4 | — |
| Be | 313,042 | (2) | (0,1) | Fe |
| | 313,107 | — | (0,3) | V |
| | 234,861 | (5) | (0,1) | — |
| Bi | 223,060 | (40) | (17) | Co, Cu, Ti, V |
| | 306,770 | (80) | (165) | Fe, Mo, V |
| Ca | 315,887 | 100 | 13 | Co, Mo |
| | 317,933 | 26 | 4 | Fe, V |
| | 393,366 | 0,4 | 25 | V, Zr |
| | 422,673 | — | — | V, Mo, Zr |
| Cd | 214,441 | 1 | 0,9 | As, Cr, Fe, Sc, Sb |
| | 226,502 | 4 | 0,2 | As, Co, Fe, Ni |
| | 228,802 | 2 | 0,5 | As, Co, Sc |
| Co | 228,616 | 6 | 1 | Ti |
| | 238,892 | 10 | 3 | Fe |

*Продолжение таблицы ДБ.1*

| Элемент | Длина волны, нм | Предел *количественного* определения, мкг/дм$^3$ | | Мешающие элементы |
|---|---|---|---|---|
| | | Радиальная регистрация | Аксиальная регистрация | |
| Cr | 205,559 | 1 | 5 | Be, Fe, Mo, Ni, Ti |
| | 267,719 | 4 | 2 | Mn, P, V |
| | 283,563 | (10) | (2) | Fe, Mo, V, W |
| | 284,324 | (10) | — | Fe |
| Cu | 324,754 | 9 | 2 | Cr, Fe, Mo, Ti |
| | 327,396 | 4 | 3 | Co, Ti |
| Fe | 238,204 | 14 | (3) | Co |
| | 259,940 | 6 | 2 | Co |
| | 271,441 | — | — | — |
| K | 766,490 | 66 | 20 | Ar, Ba, Mg |
| | 769,896 | — | (230) | Ba |
| Li | 460,290 | 900 | (700) | Ar, Fe |
| | 670,778 | 6 | 10 | Ar |
| Mg | 279,078 | 33 | 19 | Fe |
| | 279,553 | 1 | 7 | Fe |
| | 285,213 | 4 | 14 | Cr |
| Mn | 257,610 | 1 | 0,4 | Cr, Fe, Mo, W |
| | 293,305 | (20) | (8) | Al, Cr, Fe, Ti |
| Mo | 202,031 | (30) | (2) | Al, Fe, Ni |
| | 204,597 | (50) | (6) | Co, Cr |
| Na | 330,237 | (20) | 300 | Zn |
| | 588,995 | 20 | 200 | Ar, V |
| | 589,592 | 93 | 20 | Ba |
| Ni | 221,648 | 10 | 2 | Si |
| | 231,604 | 15 | 2 | Co, Sb |
| P | 177,434 | 500 | (16) | Cu |
| | 178,221 | 25 | 13 | Fe, I |
| | 213,618 | 500 | 50 | Co, Cu, Fe, Mo, Zn |
| | 214,915 | 330 | 9 | Al, Co, Cu, Mg |
| Pb | 220,353 | 14 | 5 | Al, Co, Fe, Ti |
| | 283,305 | (70) | (20) | Cr, Fe |
| S | 180,669 | 13 | 33 | As, Ca |
| | 181,975 | 39 | 17 | Cr, Mo |
| Sb | 206,834 | (100) | (4) | Co, Cr, Fe, Mg, Mn |
| | 217,582 | (100) | (18) | Pb, Fe |
| Se | 196,089 | (100) | (7) | — |
| | 203,984 | (100) | (7) | Cr, Sb |
| Si | 212,412 | 3 | (13) | Mo |
| | 251,611 | 20 | 10 | — |
| | 288,158 | (30) | 24 | Cr |

*Окончание таблицы ДБ.1*

| Элемент | Длина волны, нм | Предел *количественного* определения, мкг/дм$^3$ | | Мешающие элементы |
|---|---|---|---|---|
| | | Радиальная регистрация | Аксиальная регистрация | |
| Sn | 189,988 | (100) | (60) | Cr, Ti |
| | 235,485 | (100) | (200) | Cd, Mo |
| | 283,998 | — | (120) | — |
| Sr | 407,771 | 2,6 | 0,6 | Cr |
| | 421,552 | 0,1 | 0,1 | — |
| | 460,733 | (10) | (3) | — |
| Ti | 334,941 | (5) | (2) | Cr |
| | 336,123 | (10) | (1) | — |
| | 337,280 | (10) | — | — |
| | 368,521 | (10) | — | Co, Cr |
| V | 290,881 | (10) | — | Fe, Mo |
| | 292,402 | (10) | (3) | Cr, Fe, Mo, V |
| | 310,229 | (10) | (0,7) | Cr, Mg |
| | 311,071 | (10) | (1) | Cr, Fe, Mn, Ti |
| W | 202,998 | (60) | — | Ni, Zn |
| | 207,912 | (30) | (10) | Ni, Mo, V |
| | 209,860 | (60) | (20) | — |
| | 222,589 | (60) | (30) | Cr, Cu, Ni |
| | 239,711 | (60) | — | — |
| Zn | 202,548 | — | (3) | Cr, Cu, Co, Ni |
| | 206,200 | 13 | 5 | Cr |
| | 213,857 | 3,3 | 1 | Cu, Fe, Ni |

Примечания

1 Значения предела *количественного* определения установлены *как утроенный предел обнаружения соответствующего элемента.*

2 Значения пределов определения, приведенные без скобок, получены по результатам межлабораторных сравнительных испытаний (см. приложение В), участникам которого было предложено сообщить предел обнаружения, достигнутый в их лаборатории. В таблице приведены медианы представленных значений. Данные в скобках взяты из других источников.

*Приложение ДВ*
*(справочное)*

## Мешающие влияния *и способы их устранения*

### ДВ.1 Общие положения

Известно несколько типов мешающих влияний, иначе называемых матричными эффектами, которые могут *негативно влиять* на результат измерений. Классификация мешающих влияний *и способы их устранения* приведены ниже.

### ДВ.2 Спектральные мешающие влияния

#### ДВ.2.1 Основные сведения

Этот тип мешающих влияний обусловлен излучением света *возбужденными атомами* других элементов, присутствующих в пробе *наряду с определяемым*. Их вклад является аддитивным.

Обычно они приводят к завышенным результатам, однако при влиянии на фоновый сигнал это может привести к занижению *окончательного результата*. Наиболее важные спектральные влияния приведены в *приложении ДБ*.

#### ДВ.2.2 Спектральные наложения

##### ДВ.2.2.1 Наложение линий другого элемента

*По возможности, используют* спектральные линии *элемента*, которые не перекрываются с другими спектральными линиями. Когда это невозможно, *наложение линий* учитывают, используя программное обеспечение *к спектрометру*.

##### ДВ.2.2.2 Наложение полос молекулярных спектров

*По возможности, используют* спектральные линии *элемента*, на которые не налагаются *полосы поглощения молекул*. Когда это невозможно, *наложение молекулярных полос* учитывают, используя программное обеспечение *к спектрометру*.

#### ДВ.2.3 Влияние на фоновый сигнал

Влияние на фоновый сигнал включает вклад рассеянного света, генерируемого эмиссионной линией элемента, *присутствующего в пробе* в высокой концентрации.

Влияние на фоновый сигнал обычно учитывают путем коррекции фона на используемой линии элемента.

#### ДВ.2.4 Обнаружение спектральных мешающих влияний

Признаком наложения линий может быть изменение формы линии элемента по сравнению с раствором, содержащим только данный элемент. Влияния на фоновый сигнал лучше всего идентифицируются путем сопоставления спектров фона, *градуировочных* растворов и проб.

Кроме того, о наличии спектральных влияний может сигнализировать расхождение результатов *измерений массовой концентрации*, получаемых с использованием различных линий данного элемента.

### ДВ.3 Неспектральные мешающие влияния

#### ДВ.3.1 Физические *факторы*

К физическим факторам в общем случае относят эффекты, обусловленные распылением пробы и другими процессами переноса пробы в плазму. Они вызываются изменениями вязкости, плотности и(или) поверхностного натяжения *раствора*. Они могут приводить к серьезным искажениям результатов, особенно в пробах с высоким содержанием растворенных веществ и(или) высокой концентрацией кислот. Эти мешающие влияния могут быть уменьшены путем использования *при градуировке* растворов с тем же матричным составом, *что и проба* (при достаточно высокой концентрации элемента следует предпочесть ее разбавление), а также применением внутренних стандартов при условии, что при этом не возникает влияния на возбуждение атомов определяемого элемента.

#### ДВ.3.2 Влияние на процессы возбуждения *атомов*

Изменение температуры плазмы при вводе пробы может вызывать увеличение или уменьшение сигнала. Кроме того, элементы, легко отдающие электроны, могут изменять плотность электронов в плазме, что в свою очередь может приводить к изменению соотношения между атомными и ионными *линиями* этих элементов. Щелочные металлы (литий, калий, натрий) весьма подвержены таким влияниям, особенно при аксиальной регистрации.

#### ДВ.3.3 Химические мешающие влияния

Эти мешающие влияния обуславливаются образованием молекулярных соединений, изменением степени окисления *элементов* и испарением растворов. Это наблюдается чрезвычайно редко, однако при этом могут наблюдаться серьезные ошибки (например, выделение газообразного сероводорода из сульфатов, паров элементарного йода из йодидов или йодатов). Если это происходит, то следует принять меры, обеспечивающие одинаковое химическое состояние *элемента в пробах и градуировочных растворах*.

#### ДВ.3.4 Обнаружение неспектральных мешающих влияний

Для обнаружения неспектральных мешающих влияний используют метод разбавления проб и метод добавок.

ДВ.3.4.1 Разбавление проб

Если *массовая* концентрация определяемого элемента в пробе достаточно велика, т.е. превышает не менее чем в 10 раз предел *определения* в разбавленной пробе, то неспектральные мешающие влияния *признают незначимыми*, если расхождение между результатами измерений разбавленной и не разбавленной проб не превышает ± 10 % (или иного значения, установленного для конкретной матрицы).

ДВ.3.4.2 Метод добавок

При отсутствии мешающих влияний открываемость добавки определяемого элемента на уровне массовой концентрации от 10 до 100-кратного предела *определения* должна составлять от 80 % до 120 %. В противном случае следует заподозрить наличие неспектральных влияний.

**ДВ.4 Использование внутренних стандартов для учета неспектральных влияний**

Использование внутренних стандартов в ряде случаев позволяет учесть мешающие влияния. *В этом случае в градуировочные растворы и пробы добавляют элемент, являющийся внутренним стандартом (его концентрация в пробах должна быть пренебрежимо малой) и для градуировки спектрометра и вычисления результатов используют величину отношения сигнала определяемого элемента к сигналу внутреннего стандарта.* Необходимо принять все меры к тому, чтобы устранить факторы (такие как эффективность возбуждения), которые по-разному влияют на определяемый элемент и внутренний стандарт, поскольку в противном случае это может привести к увеличению систематической погрешности измерений. Кроме того, следует убедиться в линейности отклика *сигнала* от массовой концентрации как для определяемых элементов, так и для внутреннего стандарта.

**Приложение ДГ**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДГ.1

| Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта |
|---|---|---|
| ГОСТ 31861—2012 | NEQ | ISO 5667-1:2006 «Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программы отбора проб» |
| | | ISO 5667-2:1991 «Качество воды. Отбор проб. Часть 2. Руководство по методам отбора проб» |
| | | ISO 5667-3:2003 «Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами» |
| ГОСТ Р ИСО 15587-1—2014 | IDT | ISO 15587-1:2002 «Качество воды. Минерализация для определения ряда элементов в воде. Часть 1. Минерализация царской водкой» |
| ГОСТ Р ИСО 15587-2—2014 | IDT | ISO 15587-2:2002 «Качество воды. Минерализация для определения ряда элементов в воде. Часть 2. Минерализация азотной кислотой» |
| ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) | MOD | ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний» |

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 543.62:544.55:006.354 ОКС 13.060.50

Ключевые слова: вода, вода питьевая, вода сточная, вода природная, атомно-эмиссионная спектрометрия, индукционно связанная плазма, элемент, определение, массовая концентрация, испытание

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 21.11.2019. Подписано в печать 05.12.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,18. Уч.-изд. л. 3,78.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru