ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы
АТОМДЫҚ АБСОРБЦИЯЛЫҚ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН МИКРОЭЛЕМЕНТТЕРДІҢ МӨЛШЕРІН ГРАФИТТІ ПЕШТІ ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ АНЫҚТАУ

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

ҚР СТ 2214-2012

(ISO 15586:2003 Water quality. Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace, MOD)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы

АТОМДЫҚ АБСОРБЦИЯЛЫҚ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН МИКРОЭЛЕМЕНТТЕРДІҢ МӨЛШЕРІН ГРАФИТТІ ПЕШТІ ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ АНЫҚТАУ

ҚР СТ 2214-2012

(ISO 15586:2003 Water quality. Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace, MOD)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Технократ Плюс» ЖШС «Машина жасау, металлургия, құрылыс өнімдері мен қызметтерін сертификаттау» № 53 стандарттау жөніндегі техникалық комитеті **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2012 жылғы 16 қазандағы № 491-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 15586:2003 «Water quality-Determination of trace elemets using atomic absortion spestrometry with graphite furnace» (Су сапасы. Атомдық-абсорбциялық спектрометрия әдісімен элементтер болуын графитті пешті пайдаланып анықтау) халықаралық стандартымен бірдей.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

ISO 15586 халықаралық стандарттың ресми данасы Техникалық регламенттер мен стандарттардың бірыңғай қорында бар.

Сәйкестік дәрежесі - түрлендірілген (MOD).

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2018 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде жарияланады, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайын шығарылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтеуішінде жарияланады. Осы стандартты қайта қарау (ауыстыру) немесе жойған жағдайда тиісті хабарлама ай сайын шығарылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтеуішінде жарияланады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толығымен немесе жартылай шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы
АТОМДЫҚ АБСОРБЦИЯЛЫҚ СПЕКТРОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН МИКРОЭЛЕМЕНТТЕРДІҢ МӨЛШЕРІН ГРАФИТТІ ПЕШТІ ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ АНЫҚТАУ

Енгізілген күні 2013-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт беткі, топырақ, ауыз, сарқынды сулар мен түптік шөгінді суларына таратылады және графит пеште электротермикалық атомдаумен атомдық-абсорбциялық спектрометрия пайдаланумен Ag, Al, As, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V және Zn элементтерінің жаппай шоғырын анықтау әдістерін белгілейді. Осы әдіс элементтердің төмен шоғырын анықтау үшін қолданылады.

Әр элемент үшін байқаудың ең төменгі шоғыры (байқау шегі) сынамалар матрицасына, аспаптар, тарату түріне және химиялық түрлендіргіштерді пайдалануға байланысты болады. Қарапайым матрицалы су сынамалары үшін (мысалы еріген заттектер мен бөлшектердің төмен шоғырымен) әдісті байқау шектері сезімтал құралдардың байқау шектеріне жақын болады. Іріктеу көлемінің 20-µl(мкл) үшін байқау шегінің ең аз қолданылатын мәндері 1-кестеде келтірілген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Халықаралық, өңірлік және шетел мемлекеттерінің ұлттық стандарттарын, басқа стандарттау бойынша нормативтік құжаттарды Қазақстан Республикасында қолдану тәртібі.

ҚР СТ ИСО 5667-1-2006 Су сапасы. Сынамалар іріктеу. 1-бөлім. Сынамалар іріктеу бағдарламаларын құрастыру бойынша басшылық.

ҚР СТ ИСО 5667-6-2008 Су сапасы. Сынамалар іріктеу. 6-бөлім. Өзен мен көлдерден сынамаларды іріктеу бойынша басшылық.

ГОСТ 8.135-2004 Өлшемдер бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Аралым ерітінділер – 2- және 3-разрядты pH жұмысшы эталондарын дайындауға арналған стандарт-титрлер. Техникалық және метрологиялық сипаттамалар. Оларды анықтау әдістері.

ГОСТ 8.315-97 Өлшемдер бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Заттектер мен материалдардың құрамы мен қасиеттерінің стандартты үлгілері. Негізгі ережелер.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшемді шыны ыдыс. Цилиндрде, бөлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3771-74 Реактивтер. Бір алмастырылған фосфор қышқылды аммоний. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4461-77 Реактивтер. Азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709-72 Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 10157-79 Газ тектес және сұйық аргон. Техникалық шарттар.

ГОСТ 11088-75 Реактивтер. 6-сулы магний нитрат. Техникалық шарттар.

ГОСТ 11125-84 Айрықша таза азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14919-83 Электр плиталар, электр плиткалар және тұрмыстық қуыру электр шкафтары. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 14836-82 Ұнтақ палладий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 19241-80 Никель және легірленуі төмен қысыммен өңделетін никель қорытпалары. Маркалар.

ГОСТ 20298-74 Ион алмасатын шайырлар. Катиониттер. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Түрлері, негізгі параметрлері мен өлшемдер.

ISO 5667-3* Water quality. Sampling. Part 3. Guidance on the preservation and handling of water samples (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 3-бөлім. Су сынамаларын сақтау және олармен жұмыс істеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-4* Water quality. Sampling; Part 4. Guidance on sampling from lakes, natural and man-made (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 4-бөлім. Табиғи және жасанды көлдерден сынамаларды іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-5* Water quality. Sampling. Part 5. Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 5-бөлім. Тазарту құрылғылары мен тарату жүйелерінің құбыржолдарынан ауыз су сынамаларын іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-10* Water quality. sampling; part 10. guidance on sampling of waste waters (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 10-бөлім. Саркынды сулардан сынамаларды іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-11* Water quality. Sampling. Part 11. Guidance on sampling of groundwaters (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 11-бөлім. Топырақ суларының сынамаларын іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-15* Water quality. Sampling. Part 15. Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 15-бөлім. Жауын-шашын мен шөгінділер сынамаларын консервілеу және өңдеу бойынша нұсқау).

ISO 15587-1* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 1. Aqua regia digestion (Су сапасы. Суда кейбір

* ҚР СТ 1.9. сәйкес қолданылады

элементтерді анықтау үшін гидролиттік ыдырату. 1-бөлім. Патша суында гидролиттік ыдырату)

ISO 15587-2* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 2. Nitric acid digestion (Су сапасы. Суда кейбір элементтерді анықтау үшін гидролиттік ыдырату. 2-бөлім. Азот қышқылында гидролиттік ыдырату).

ЕСКЕРТПЕ Осы стандарты қолдану кезінде зертханалардың пайдалану ережелерімен танысу керек. Стандарт қауіпсіздікпен байланысты барлық проблемаларды шешуді қарастырады. Зертхана қызметкері Қазақстан Республикасының аумағында қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес қауіпсіздік және денсаулықты қорғау ережелерін сақтауы керек.

1-кесте – Іріктеме көлемінен 20-µl(мкл) пайдаланған жағдайда су сынамасы үшін тән салмақтар, құралдың байқау шектері мен жұмыстың оңтайлы ауқымдары

Элемент	Сипатты масса, m_0[a], пг	Анықтау шегі [b] µg/l(мкг/дм^3)	Жұмыстың оңтайлы ауқымы[c] µg/l(мкг/дм^3)
Ag	1,5	0,2	от 1 до 10
Al	10	1	от 6 до 60
As	15	1	от 10 до 100
Cd	0,7	0,1	от 0,4 до 4
Co	10	1	от 6 до 60
Cr	3	0,5	от 2 до 20
Cu	5[d]	0,5	от 3 до 30
Fe	5	1	от 3 до 30
Mn	2,5	0,5	от 1,5 до 15
Mo	10	1	от 6 до 60
Ni	13	1	от 7 до 70
Pb	15	1	от 10 до 100
Sb	20	1	от 10 до 100
Se	25	2	от 15 до 150
Tl	10[d]	1	от 6 до 60
V	35	2	от 20 до 200
Zn	0,8	0,5	от 0,5 до 5

[a] Элементтің тән салмағы (m_0) жұтудың біріктірілген коэффициентін бағалау үшін пайдалану кезінде 0,0044 с белгісіне сәйкесетін пикограммада салмақ болып табылады (шың алаңы).

[b] Байқау шектері үшке көбейтілген нөлдік ерітінділердің қайталанатын өзгерістерінің ауытқуы ретінде есептеледі.

[c] Оңтайлы жұмыс ауқымы 0,05 с және 0,5 с арасында жұту коэффициентінің біріктірілген көрсеткіштеріне сәйкесетін шоғырлану аралығы ретінде анықталады.

[d] Егер Зееман фонын түзету пайдаланса, m0 мәні жоғары болады.

* ҚР СТ 1.9. сәйкес қолданылады

3 Әдіс негізі

Су сынамаларын қышқылмен өңдеп немесе ферментативті гидролиз пайдаланып консервілейді. Түп жиындыларының сынамалары өңделеді. Шағын аналитикалық үлгі ерітіндісінің өлшендісі атомды-абсорбциялық спектрометрдің графитті пешіне бүркіледі. Температураны біртіндеп ұлғайтып пешті электрмен қыздырады. Үлгіні кептіреді, күйдіреді және үгітеді. Атомды-абсорбциялық спектрометрия әдісі спектрометрдің графитті пешінде талданатын сынаманы электротермиялық атомдау нәтижесінде түзілетін анықталатын элементтің атомды буымен толқынның резонансты ұзындығын сәулелендіруді жұтуды өлшеуге негізделген. Тиісті көз анықталған элемент (немесе элементтер) үшін тән сәуле шашыратады. Сәуле шуағы графит пеште қыздырылған атомдық бұлт арқылы өтетін кезде, сәуле таңдалған элемент(тер) атомдарымен таңдап жұтылады. Сәуле қарқындылығының кемуі толқынның тән ұзындығында байқау құралымен өлшенеді. Үлгіде элементті шоғырландыру үлгіні жұту коэффициентін және градуирлеу ерітіндісінің жұту коэффициентімен салыстыру арқылы анықталады. Қажет жағдайда кедергілер үлгілерге талдауды бастағанға дейін матрицалық түрлендіргіштерді араластыру жолымен немесе қоспалардың стандартты әдісімен градуирлеуді жүзеге асыру жолымен жасала алады.

Нәтижелер судың куб метріне немесе шөгінді қалдықтарда құрғақ материал килограмына талдау (микрограммдар (μg) немесе миллиграммдар (mg)) кезінде анықталатын аналит заттектер массасы түрінде берілген.

4 Талдау нәтижелеріне заттардың әсері

Үлгінің кейбір ерітінділері, әсіресе сарқынды сулар мен шөгінді қалдықтарына ферментативті күйдіру нәтижелерге әсер ететін заттектердің үлкен санынан тұруы мүмкін. Хлоридтің жоғары шоғыры төмен нәтижелер себебі болуы мүмкін, себебі көптеген элементтердің буланғыштығы ұлғаяды және күйдіру кезеңдері бойына аналит-заттар жоғалуы болуы мүмкін. Матрицалық әсер температуралық бағдарламаны оңтайландыру, пиролиттік жабылған құбырлар мен платформаларды пайдалану, химиялық түрлендіргіштерді пайдалану, қосымдардың стандартты әдісі мен фонды түзету арқылы жартылай немесе толығымен жойыла алады.

5 Реактивтер

Үлгілерді алдын ала өңдеу және ерітінділерді дайындау үшін х.т немесе т.ұ.т. маркалы химиялық реактивтер пайдаланылады.

5.1 Су, 1 санатты, ISO 3696 сәйкес (≤0,01 мсек/м).

Бидистилденген немесе иондысыздандырылған су (дистиллденген ГОСТ 6709 бойынша, қайта айналған немесе ион алмасатын шайырмен бағана арқылы өткізілген ГОСТ 20298 бойынша.

5.2 Азот қышқылы, шоғырланған, $c(HNO_3)$=14,4 моль/дм^3, ρ≈1,4 кг/дм^3 (65 %).

Азот қышқылы ГОСТ 4461.

ρ=1,40 кг/дм^3 (65 %) жағдайында және жағдайында ρ=1,42 кг/дм^3 (69 %) шоғырланған азот қышқылын қолдану мүмкін болады. Екі нұсқа аланит-заттектердің аз болуын қамтамасыз етіп осы әдісте пайдалану үшін жарамды.

5.3Азот қышқылы, $c(HNO_3)$ =7 моль/дм^3.

Сыйымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су құяды (5.1-т қара) және 490 см^3 шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.4 Азот қышқылы, $c(HNO_3)$=1 моль/дм^3.

Сыйымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су құяды (5.1-т қара) және 70 см^3 шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.5 Азот қышқылы, $c(HNO_3)$≈0,1 моль/дм^3.

Сыйымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су құяды (5.1-т қара) және 7 см^3 шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.5.1 Азот қышқылы $c(HNO_3)$≈0,3моль/ дм^3.

Сыйымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су құяды (5.1-т қара) және 21 см^3 шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.6 Хлорлы сутекті қышқыл, шоғырланған, $c(HCl)$=12,1 моль/дм^3, ρ≈1,19 кг/дм^3 (37 %).

Тұз қышқылы ГОСТ 3118.

5.7 Хлорлы сутекті қышқыл, $c(HCl)$ ≈6 моль/ дм^3.

Сыйымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 400 см^3 су құяды (5.1-т қара) және 498 см^3 шоғырланған хлорлы сутекті қышқылды қосады (5.6-т қара), ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.8 Хлорлы сутекті қышқыл, $c(HCl)$ ≈1 моль/ дм^3.

Сыйымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су құяды (5.1-т қара) және 83 см^3 шоғырланған хлорлы сутекті қышқылды қосады (5.6-т қара), ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.9 Негізгі ерітінді, ρ=1000 мг/дм^3.

Металдар мен металл тұздарынан негізгі ерітіндіні дайындауға арналған процедуралар А қосымшасында сипатталған. Негізгі ерітінділер

шамамен бір жыл орнықты болады, немесе өндіруші ұсынымына сәйкес болады.

5.10 Стандартты ерітінді, ρ=10 мг/дм^3.

Тамшуырмен 1000 мкл негізгі ерітіндіні (5.9-т қара) сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға құю, 0,5 см^3 шоғырланған азот қышқылын (5.2-т қара) қосу және ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізіп әбден араластыру керек.

Осы ерітінді 6 ай сақтала алады.

5.11 Стандартты ерітінді, ρ=1 мг/дм^3.

Тамшуырмен 100 мкл негізгі ерітіндіні (5.9-т қара) сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға құю, 0,5 см^3 шоғырланған азот қышқылын (5.2-т қара) қосу және ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізіп әбден араластыру керек.

Осы ерітінді 6 ай сақтала алады.

5.12 Стандартты ерітінді, ρ=100 мкг/дм^3.

Тамшуырмен 1000 мкл негізгі ерітіндіні (5.9-т қара) сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға құю, 0,5 см^3 шоғырланған азот қышқылын (5.2-т қара) қосу және ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізіп әбден араластыру керек.

Осы ерітінді бір ай сақтала алады.

5.13 Градусты ерітінділер.

Градусталған ерітінділерін 5.10 және 5.12-т бойынша стандартты ерітінділерден дайындау.

Мына процедура мысал ретінде пайдалана алады.

2 мкг/дм^3; 4 мкг/дм^3; 6 мкг/дм^3; 8 мкг/дм^3 және 10 мкг/дм^3 аналит-заттектен тұратын 1 мг/дм^3 стандарты ерітіндіні (5.11-т қара) 200 мкл, 400 мкл, 600 мкл, 800 мкл және 1000 мкл сәйкес тамшуырлармен сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыларға ауыстыру керек. Осындай сандағы қышқылды үлгілерде көрсетілгендей градуирлеу ерітінділеріне қосу керек. Қажет жағдайда өлшемді құтылардағы ерітінділерді сумен (5.1-т қара) белгіге дейін араластырып суыту керек. Құтыда алынған ерітінділерді араластыру керек.

1 мг/дм^3 төмен градуирлеу ерітінділері бір айдан артық, ал 100 мкг/дм^3 төмендері – бір күннен артық пайдаланбауы керек.

5.14 Бос ерітінділер.

Бос градуирлеу ерітінділерін стандарты ерітіндіні қоспай градуирлеу ерітінділеріне ұқсас дайындайды. Сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құты пайдаланады. Үлгілерде көрсетілгендей градуирлеу ерітінділеріне сондай қышқыл санын қосу керек. Қажет жағдайда салқындату және сумен араластыру (5.1-т қара) керек.

5.15 Палладий нитраты/магний нитратының түрлендіргіші.

(10 г/дм^3) шоғырланған $Pd(NO_3)_2$ ерітіндісі. Термотұрақты стақанға *1,00 г ұнтақ тәрізді палладийді салады, 5 см^3 шоғырланған азот қышқылын*

қосады және металл толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындатқаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға сүзеді және сүзгіні 0,3 моль/дм^3 шоғырланған азот қышқылының ерітіндісінің бірнеше бөлігімен шаяды және белгіге дейін ерітінді көлемін жеткізеді.

0,259 г $Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$ 100 см^3 суда ерітеді (5.1-т қара). Палладий нитратының ерітіндісін магний нитратының ерітіндісімен араластыру керек. 10 мкл(μl) араласқан ерітіндіде 15 мкг(μg) Pd и 10 мкг(μg) Mg $(NO_3)_2$ болады.

Ерітіндіні ай сайын дайындап тұру керек.

Металл палладий, ұнтақ (99,94 %) ГОСТ 14836 бойынша.

6 сулы магний нитраты ГОСТ 11088 бойынша,т.ү.т.

5.16 Магний нитратын түрлендіргіш.

0,865 г $Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$ 100 см^3 суда еріту керек (5.1-т қара). 10 мкл(μl) осы еретіндіде 50 мкг(μg) $Mg(NO_3)_2$ болады.

5.17 Бастапқы қышқыл фосфор қышқылды аммоний түрлендіргіш

2 г $NH_4H_2PO_4$ 100 см^3 суда еріту керек (5.1-т қара). 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 200 мкг(μg) $NH_4H_2PO_4$ болады.

Қышқыл фосфор қышқылды аммоний ГОСТ 3771 бойынша.

5.18 Бастапқы қышқыл фосфор қышқылды аммоний/магний нитратының түрлендіргіштері

2 г $NH_4H_2PO_4$ және 0,173 г $Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$ 100 см^3 суда (5.1-т қара) еріту керек. 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 200 мкг(μg) $NH_4H_2PO_4$ және 10 мкг(μg) $Mg(NO_3)_2$ болады.

5.19 Никель түрлендіргіш.

0,200 г никель ұнтағын 1 см^3 шоғырланған азот қышқылында еріту (5.2-т қара) және 100 см^3 су (5.1-т қара) араластыру керек. 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 20 мкг(μg) $Ni(NO_3)_2$ болады.

Никель ГОСТ 19241 бойынша.

5.20 Тазартушы және қорғаныс газ, Аргон (Ar) (≥ 99,99 %)

Тазалығы жоғары газ тектес аргон ГОСТ 10157 бойынша.

6 Өлшеу құралдары мен қосымша жабдық

Термотөзімді стақан ГОСТ 25336 бойынша.

Өлшемді құтылар ГОСТ 1770 бойынша.

Тамшуырлар ГОСТ 29228 бойынша.

Жалпы арналған, дәлдігі 2 сыныпты ГОСТ 24104 бойынша, өлшеудің үлкен шегі 200 г зертханалық таразылар.

Кептіру шкафы (қыздырудың реттелетін температурасы 250 ° С дейін).

ГОСТ 8.135 бойынша элементтердің су ерітінділері құрамының мемлекеттік стандарты ерітінділер (бұдан әрі МСЕ).

ЕСКЕРТПЕ жеке элементтердің су ерітінділері құрамының МСЕ орнына элементтердің су ерітінділері құрамының көп құрамды МСЕ пайдалану рұқсат етіледі. Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінде қажетті МСЕ болмауы жағдайда элементтердің аттестатталған қоспаларын пайдалану рұқсат етіледі.

Орамы жабық электр плитка ГОСТ 14919 бойынша.

ГОСТ 28165 бойынша бір сатылы және екі сатылы аквадистиллятар.

Жалпы тазартудың әдеттегі процедурасы шыны мен пластмасса үшін қажет болып табылады:

- қолданар алдында жабдықты бір күнге азот қышқылына, с ≈ 1 моль/дм^3 (5.4-т қара), не хлор сутекті қышқылға, с≈1 моль/дм^3 (см. 5.8) батыру керек;

- сумен үш рет шаяды (5.1-т қара).

Жабдықты қышқылға батырғанға дейін полиамидтен (мысалы сынамаларды іріктеуге арналған жабдықта бұрандалар мен сомындар) тұратын жабдық бөлігін шешіп алады.

Металдардың жоғары шоғырына ие үлгілер үшін бір рет пайдаланылған жабдық келесі элемент үлгілері үшін келешекте пайдаланбау үшін қажетті сақтық шараларын қабылдау керек.

6.1 Су үлгілеріне арналған контейнерлер полипропилен, полиэтилен немесе фторланған этилен-пропиленнен (ФЭП) жасалған шишалардан тұрады.

Шөлмектер мен тостақтарға арналған материал қандай да бір аналит-заттектерді сілтілемеуі керек. Шөлмектер мен тостақтар түссіз материалдан дайындалуы керек.

Шеткі келесі теңдеулерде шоғырлануды анықтау үшін (< 0,1 мкг/дм^3) төменде сипатталғандай тазарту процедурасын дәл сақтауы керек:

a) жаңа шөлмектерді ацетонмен майдың мүмкін қалдықтарын жою үшін шаю керек. Олай болмайтын жағдайда тиісті зарарсыздандыратын құралдар пайдалануы керек:

b) бірнеше рет сумен шаяды (5.1-т қараңыз);

c) бір аптаға хлор сутекті қышқылға салып қою, с≈6 моль/дм^3 (5.7-т қараңыз), не 24 сағатқа 45 °С - 50 °С температурасы жағдайында ұстау керек;

d) бірнеше рет сумен шаю (5.1-т қараңыз);

e) бір аптаға азот қышқылына батыру, с ≈ 7 моль/дм^3 (см. 5.3), не 24 сағатқа 45 °С - 50 °С температурасы жағдайында ұстау;

f) бірнеше рет сумен (5.1-т қараңыз) шаю және зертханалық тазартуға көшу;

g) шөлмектерді пайдаланылатын матрицаға дайындау үшін бір аптаға азот қышқылына батырып қою, с ≈ 0,1 моль/дм^3 (5.5-т қараңыз);

h) бірнеше рет сумен шаю (5.1-т қараңыз);

i) егер кептіру қажет болса, тазартылған ауамен кептіру (бокс);

j) тазартылған шөлмектерді пластик пакеттерге сақтау.

Егер с) және е) кезеңдерін пайдалану қажеттігі жоқ деп көрсетілсе, онда қышқылдардың біреуін алып тастауға болады. Бұл жағдайда хлор сутекті қышқыл полиэтилен және полипропилен үшін барынша тиімді болады, ал азот қышқылы ФЭП және шыны ыдыстары үшін пайдаланғаны жақсы болады.

6.2 Шөгінді қалдықтары үлгілеріне арналған контейнерлер пластмасса немесе шыныдан жасалған кең мойынды контейнерлерден тұрады.

Контейнерлерді тазарту үшін қышқыл пайдалану міндетті емес, зарарсыздандыратын құрал қосып сумен шаю және ионсыздандырылған сумен шайған жеткілікті (5.1-т қараңыз).

6.3 Металл бөлшектерсіз шыны немесе пластмассадан жасалған сүзгіш жабдық, 6-бөлімге сәйкес жалпы тазарту процедурасында көрсетілгендей тазартылған.

6.4 Атаулы саңылаулар радиусы сәйкес 0,45мкм және 0,4мкм жарғақты сүзгіштер немесе қылтүтікті сүзгіштер.

Материал аналит-заттек бөлмеуі немесе сіңірмеуі керек. Сүзгіні азот қышқылында тазарту, с ≈ 0,1 моль/дм^3 (5.5-т қараңыз), және бірнеше рет сумен шаю керек (5.1-т қараңыз).

6.5 Шөгінді қалдықтарын ұсақ ұнтақтауға арналған агат келі, *ГОСТ 12801.*

6.6 Тамшуырлар, сыйымдылығы 100 мкл(µl) - 1000 мкл(µl) *ГОСТ 29228 бойынша.*

Егер микро мөлшерлегіштер қандай да бір аналит заттектерден тұрмайтын немесе ерітіндіге бөлмейтін түссіз пластмассадан дайындалғаны жақсы. Тамшуырлар үлгілерді ластамауын тексеру қажет. Пайдаланар алдында тамшуырларды ерітіндімен шаю керек.

Шоғырланудың анықталатын деңгейіне қарай жаңа және қайтадан пайдаланылатын тамшуырлар араласқан қышқылмен тазартыла алады. Мысалы азот қышқылымен тазарту, с ≈ 1 моль/дм^3 (см. 5.4), және сумен (5.1-т қараңыз) шаю.

6.7 Графит пешпен жабдықталған атомды-абсорбциялық спектрометр, фонды түзету жүйесімен және *салыстырмалы қателігі 1 % артық емес* қуыс катодты қажетті шамдармен жарақталған,

Балама ретінде электродсыз разрядты шамдар пайдалана алады.

Желдеткіштің сору жүйесін өндірістік үймарат ауасының зиянды түтін және булармен ластануын болдырмау үшін пеш үстінде орналастыру керек.

6.8 Автомат сынама іріктегіш анықтау дәлдігі үшін пайдаланыла алады.

Шоғырланудың анықталатын деңгейлеріне қарай сынама іріктегіштің жаңа тостақтарын араластырылған қышқылмен тазартуға болады. Қайта пайдаланылатын тостақтарды үнемі қышқылмен шаю керек. Мысалы ыдыстарды азот қышқылымен тазартады, с ≈ 1 моль/дм^3 (5.4-т қара), және сумен шаяды (5.1-т қара). Егер олар ультра шағын сандарды табу үшін

пайдаланылатын болса (<0,1 мкг/дм^3), онда талданатын үлгілердегіге ұқсас сондай түрдегі және сондай шоғырдағы қышқылмен оларды толтыру арқылы ерекше тазартудың қажетті кезеңі қажет болуы мүмкін. Кем дегенде 2 сағат тұндырып қою керек. Ыдысты бірнеше рет сумен шаяды (5.1-т қара).

6.9 Графит құбырлар жоғары және орта ұшпалы элементтер үшін қажетті платформалармен пиролиттік жабылған, олар арасында төмен ұшпалы элементтер қабырғадан тозаңдатыла алады.

Қанағаттанарлық нәтижелерге қол жеткізілгені жағдайда әрі қарай графит түтіктер мен платформаларды пайдалануға қатысты өндіруші ұсынымдарын қолдану керек.

*1-ЕСКЕРТПЕ Көрсетілгеннен **төмен емес техникалық және метрологиялық сипаттамаларымен өлшеу құралдары, жабдықтар мен реактивтердің басқа түрлерін** қолдану рұқсат етіледі.*

Мемлекеттік метрологиялық бақылауды жүзеге асыру саласында қолданылатын өлшеу құралдары республикада қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз ету саласында заңнамасына сәйкес қолдануға рұқсат етілуі керек.

7 Су сынамаларын іріктеу және алдын ала өңдеу

7.1 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу *ҚР СТ РК ИСО 5667-1*, *ҚР СТ РК ИСО 5667-6*, ISO 5667-3, ISO 5667-4, ISO 5667-5, ISO 5667-10, ISO 5667-11 и ISO 5667-15 сәйкес жүргізілуі керек.

Су сынамаларын іріктеуге арналған жабдық үлгі металдан жасалған бұйымдармен жанаспайтын үлгіде дайындалуы керек. Ол үлгіге аналит-заттарды бөлмейтін пластмассадан жасалуы және араластырылған хлорлы-сутекті қышқылда тазарту үшін жарамды болуы керек.

7.2 Су сынамаларын алдын ала өңдеу

7.2.1 Жалпы ережелер

Үлгілерді, әсіресе элементтерінің шоғырлануы төмен үлгілерді алдын ала өңдеу және талдау «таза зертханалық» жағдайда жүргізілуі керек. «Таза зертханалық» әдіс зертхананың үлгілер түрлі көздерден туындайтын ластанулардан тұрақты қорғалуы үшін тазартылған ауамен қамтамасыз етілген болуы керек. Бірқатар жағдайда әлсіз артық қысым астында сүзілген ламинарлық ағынмен «таза бокстар» тиісті нұсқа ретінде пайдалана алады.

Су сынамаларында із элементтері бір немесе бірнеше мына тәсілдермен талдауға түсіріледі:

а) қышқыл қосу арқылы сақталатын (сүзілмеген). Үлгіні азот қышқылын қосу жолымен сақтайды. Бөлшектер тұнбада талдау жүргізуді бастағанға дейін қатысуы керек.

б) сүзілген (ерітілген). Үлгіні жарғақ немесе қылтүтікті сүзгі арқылы сүзеді және сүзілген ерітіндіні азот қышқылын қосу арқылы консервілеу керек;

в) қышқылмен өңдеу. Сақталған үлгіні азот қышқылымен немесе таза арақпен өңдеу керек.

Талдау жүргізгенге дейін судың сақталған сынамаларын ISO 5667-3 сәйкес 1°С - 5°С дейінгі температура жағдайында сақтайды.

7.2.2 Сүзу

Үлгілерді сүзу, егер талдауға ізге ие шағын элементтердің ерітілген формалары түсірілсе, қажетті болып табылады. Сынамаларды іріктегеннен кейін және сақтағанға дейін тікелей үлгіні сүзу керек. Онда үлгі металл бөлшектермен жанаса алатын жабдықты қолдану рұқсат етілмейді. Қысым астында сүзуде ластану қаупін азайту үшін қалаулысы вакуумды сүзу болып табылады.

Кем дегенде бақылау үлгінің бір ерітіндісі суды (5.1-т қара) ұқсас түлгілерге ұқсас тәсілмен сүзу арқылы (және сақтау) дайындау керек.

7.2.3 Су сынамасын консервациялау

Су сынамасын консервациялау ISO 5667-3 сәйкес. Үлгілерден pH<2 алу үшін 100 $см^3$ үлгіге 0,5 $см^3$ шоғырланған азот қышқылын қосыңыз (5.2-т қара). Сілтіліктің жоғары деңгейіне ие су сынамасын сақтау үшін қышқылдың үлкен санын қосу қажет болуы мүмкін. Үлгіге жұту әсері арқылы элементтердің жоғалуын болдырмау үшін қышқыл жеткілікті қосынды маңызды. Қосылған қышқыл санын белгілеңіз.

Ластану қаупін болдырмау үшін таза атмосферада зертханада үлгілерді сақтаған дұрыс. Бос бақылау реактивтерінің ерітінділері үшін суды (5.1-т қара) ұқсас үлгілерге орай тәсілмен сақтаңыз.

7.2.4 Су сынамаларын талдау

Таза арақ пен азот қышқылын қолданып су сынамасын талдау әдістері ISO 15587-1 және ISO 155-87-2 сәйкес көрсетілген. Хлорлы қосылыс графитті пеш әдісінде қатты бөгеуілдер тудыруы мүмкін болатындықтан, азот қышқылын қолданып суды талдау ұсынылады. Кейбір элементтер үшін (мысалы осы стандартта Sb) азот қышқылы келмейді және таза арақ пайдалануы керек азот және тұз қышқылының қоспасы).

Кем дегенде бос сынаманың бір ерітіндісін (5.1-т қара) ұқсас үлгілерге орай тәсілмен дайындаңыз. Ыдыратуға талдауды жүргізуді бастағанға дейін өлшемді құтыда сынаманы деңгейге дейін сумен (5.1-т қара) көлемді жеткізу керек.

7.3 Тұнба үйінділерінің сынамаларын алдын ала өңдеу

7.3.1 Тұнба үйінділетінің үлгілерін сақтау

Тұнба үйінділерінің сынамалар үлгілері іріктелгеннен кейін дайындаушы ыдысында (6.2-т қара) тоңазытқышта сақталуы, қажет жағдайда әрі қарай өңдеу үшін мұздатылуы керек (ISO 5667-15-т қара).

Егер талдау құрғақ үлгіде жүргізілсе, үлгіні айдаумен, немесе басқа жағдайда оны 24 сағат бойына 105 °С температурасы жағдайда кептіріп алған дұрыс.

Кептірілген үлгіні агат келіде (6.5-т қара) үгітіп, қажет жағдайда қойылтып елеу керек.

Кептірілген үйінділер су жұтады және сақтау кезінде ылғал сіңіретін болады. Айдаумен кептірілген үлгілерде бірнеше пайыз су болады. Су болуын өлшендіні ыдырату және талдау жүргізуді бастағанға дейін 105 °С температурасы жағдайда кептіру жолымен бақылау керек.

7.3.2 Тұнба үйінділерінің үлгілерін ыдырату В қосымшасына сәйкес.

8 Химиялық түрлендіргіштер

Химиялық түрлендіргіштер үлгіде спектралдық және спектралдық емес бөгеуілдерді болдырмау үшін пайдаланылады (матрицалық әсер).

Аналит-заттар көмегімен немесе оны қоспай және градусталу қоспасымен аналит-заттарды қалпына келтіру деңгейін салыстыру арқылы үлгіні өлшеу арқылы спектралдық емес бөгеуілдер болуын анықтауға болды. Түрлендіргішпен жұмыс тиімділігіне көз жеткізу үшін осындай процедура таңдалған химиялық түрлендіргішті қосу арқылы қайталанады.

Жалпы қалыпта химиялық түрлендіру мақсаты тозаңдату кезеңін бастағанға дейін ластаушылар салмағын жою мақсатында пиролиздеудің жоғары температурасына жеткізу мүмкіндігі болып табылады. Pd және $Mg(NO_3)_2$ қиылысуы көптеген элементтер үшін пайдаланатын әмбебап түрлендіргіш болып саналады. Pd реактив-қалпына келтіргішпен қиылысуы, мысалы аскорбин қышқылымен қиылысу жиі $Pd/Mg(NO_3)_2$ орнына пайдалнылады. Фондық жұту әдетте $Mg(NO_3)_2$–мен жоғары болады. Сондай-ақ өзге түрлендіргіштер пайдаланылады. Олардың кейбіреулері (мысалы никель қосылысы) жарамсыз болуы мүмкін, себебі орнату жабдығында жиі қатысатын және пеш ластануын тудыра алатын элементтерден тұрады. 2-кестеде халықаралық стандарттарда элементтер үшін химиялық түрліндіргіштер бойынша кейбір ұсыныстар берілген. Егер олар дұрыс нәтижелер көрсетсе, өзге химиялық түрлендіргіштер пайдалана алады.

Егер химиялық түрлендіргіштер пайдаланылса, оларды сынама үлгілеріне, бос бақылау реактивтердің ерітінділеріне, бос сынамалар ерітінділеріне, калибрлеу ерітінділеріне және бос калибрлеу ерітінділеріне қосу қажет болады. 2-кесте бойынша ұсынылатын мөлшерлеуге жету үшін 10 мкл(μl) түрлендіргіш ерітіндісін қосу керек болады. Түрлендіргіш ерітіндісін үлгі енгізілгеннен кейін автомат сынама іріктегіштің тозаңдатқышына тікелей бүркіген дұрыс болады.

2-кесте - Ұсынылатын химиялық түрлендіргіштер

Элемент	Химиялық түрлендіргіштер (5.15 - 5.19 дейін)	Шама, мкг[a]
Ag	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе $NH_4H_2PO_4$	15 + 10 200
Al	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 50
As	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе Ni (нитрат ретінде)	15 + 10 20
Cd	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе $NH_4H_2PO_4$ + $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Co	$Mg(NO_3)_2$	50
Cr	$Mg(NO_3)_2$	50
Cu	Pd + $Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Fe	$Mg(NO_3)_2$	50
Mn	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 50
Mo	Түрлендіргіш талап етілмейді	-
Ni	$Mg(NO_3)_2$	50
Pb	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе $NH_4H_2PO_4$ + $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Sb	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе Ni (нитрат ретінде)	15 + 10 20
Se	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе Ni (нитрат ретінде)	15 + 10 20
Tl	Pd + $Mg(NO_3)_2$	15 + 10
V	Түрлендіргіш талап етілмейді	-
Zn	Pd + $Mg(NO_3)_2$ немесе $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 6

[a] шамалар ұсынылатын болып табылады. Кейбір тозаңдатқыштарда елеулі аз сан талап етіледі. Сондай-ақ құрал өндірушілерден ұсынымдарды қарау керек.

9 Графитті пеш жұмысының бағдарламаларын құру

Графитті пеш бағдарламасын құру С қосымшасында келтірілген.

Графитті пешке арналған температуралық бағдарлама әдетте өзіне төрт кезеңді қамтиды:

a) кептіру;

b) күйдіру (құрғақ айдау);

c) тозаңдату;

d) тазарту.

Басында өндірушімен ұсынылған пештерді пайдалану кезінде сынаулар температурасы мен кезеңділігін пайдаланған дұрыс. Тозаңдату кезеңінде аргон берілуін тоқтату керек.

Фон түзетуді үнемі пайдалану керек.

Толқынның айнымалы ұзындықтары пайдалана алады (түрлі сезімталдықпен). Мысалы жүктеу үшін 283,3 нм қарағанда екі есе

сезімталдық артық болатын жағдайда 217,00 нм толқын ұзындығы пайдалана алады. Алайда шу бөгеуілдер тәуекелінен артық және күшті болады. Жоғары шоғырлану жағдайында сезімталдықтың барынша төмен толқын ұзындығы пайдалана алады, мысалы Zn үшін 307,6 нм және Fe үшін 271,9 нм немесе 305,9 нм.

Бағалау үшін біріктірілген жұтулық ұсынылады (шың алаңы).

10 Ерітінділерді градуирлеу

10.1 Стандартты градуирлеу әдісі

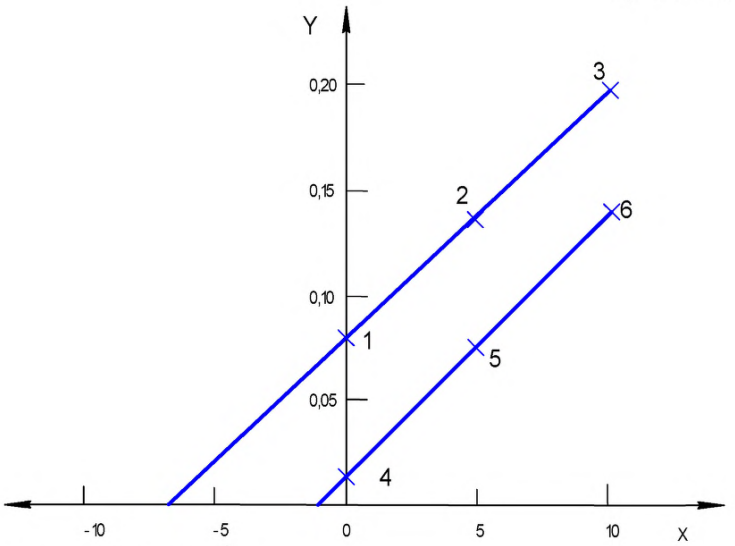
Градуирлеуді жүргізуді нөлдік градуирленген ерітіндіден (5.14-т қара) және шоғырланудың тиісті аралығы үшін 3-тен 5-ке дейін тең қашықтықта градусталған ерітінділерден (5.13-т қара) бастау керек. Градуирлеу қисығының тіктігі жиі шектеулі екенін атап кету керек.

Градуирлеу ерітіндісінің жұтатын қасиетінің мәндері нөлдік градуирлеу ерітіндісінен жұтатын қасиет мәнін есептеу жолымен түзетіледі. Графикке градуирлеу қисығын салу үшін, статистикалық сипаттаманы есептеу үшін градуирлеу ерітіндісінің аналит-заттектерінің шоғырымен бірге қорытынды мәндер пайдаланылады.

10.2 Стандартты қосу әдісі

Химиялық түрлендіру пайдаланылмайтын немесе матрица әсері жойылмайтын жағдайда спектралды емес бөгеуілдердің әсерін азайту үшін градуирлеу қисығы жұтудың пайдаланылатын ауқымында сызыққа созылғаны жағдайда қосудың стандартты әдісі қолданыла алады. Қосудың стандартты әдісі тән емес фондық жұту сияқты спектралды бөгеуілдерді түзету үшін пайдаланыла алмайды және егер бөгеуілдер белгіні үш мәннен артыққа өзгертсе, пайдаланылмауы керек.

Ұқсас үлгілердің бірдей көлемдерін дайындау үш ыдыста жүргізіледі (мысалы автомат сынама іріктегіштің тостақтары). Екі ыдысқа бастапқы үлгіден болжанатыннан 100% және 200% жоғары болатын жұтудың тиісті мәндерін алу үшін екі ыдысқа стандартты ерітіндінің шағын саны қосылады. Үшінші ыдысқа судың (5.1-т қара) тең саны қосылады. Ерітінділерді әбден араластыру керек. Біріктірілген жұтылулық 1-суретте келтірілгендей ордината бойынша өлшенеді. Осы үлгімен бос бақылау реактиві ерітіндісінде, не бос ерітінді ерітіндісінде аналит-заттек шоғыры анықталады. 1-суретте байқау үлгісінде аналит заттек шоғыры 6,67 мкг/дм ^{3} тең, ал бос сынама ерітіндісінде 0,36 мкг/дм^3 тең.



X - ұлғайту (мкг/дм^3);
Y- біріктірілген жұтымдылық;
1 – байқау үлгісінің ерітіндісі;
2 - байқау үлгісінің ерітіндісі+ 5 мкг/дм^3;
3 - байқау үлгісінің ерітіндісі+ 10 мкг/дм^3;
4 – бақылау сынамасының ерітіндісі;
5 - бақылау сынамасының ерітіндісі+ 5 мкг/дм^3;
6 - бақылау сынамасының ерітіндісі+ 10 мкг/дм^3.

1-сурет – Калибрлеу қызметін стандарты ұлғайту мысалы

11 Есептеулер

11.1 Суға арналған нәтижелер

Байқау үлгісінің ерітіндісінде, бос бақылау реактивінің ерітіндісінде және бақылау сынамасының ерітіндісінде аналит-заттектің шоғырлану мәндерін градуирлеу қисығының шоғырлану мәнінен есептеу немесе градуирлеу қызметінен есептеу керек. Байқау үлгісінің ерітіндісінде аналит-заттектің шоғырын түзету бос бақылау реактивінде ерітіндіде немесе бақылау сынамасының ерітіндісінде аналит-заттектің шоғырын есептеу жолымен жүргізіледі.

Қажет жағдайда ерітіндіні араластыру кезеңінде түзету жүргізіледі.

Нәтижелер куб дециметрге микрограммда (мкг/дм^3) жазылады. Айыратын белгілері жоқ байқау үлгілері үшін «байқау шегі» сияқты нәтиже келтіріледі.

11.2 Түптегі шөгінділерге арналған нәтижелер

Байқау үлгісінің ерітіндісінде және градуирлеу қисығынан бақылау сынамасының ерітіндісінде аналит-заттек шоғырлану міндерін шегеру немесе градуирлеу қызметінің шоғырлану мәнінен есептеу керек. Аналит-заттектер шоғырлануын түзету байқау үлгісінің ерітіндісінде бақылау сынамасының ерітіндісінде аналит-заттек шоғырлануын есептеу жолымен жүргізіледі.

Байқау үлгілерінің аналит-заттектерінің болуы келесі 1-формула бойынша құрғақ материалда сынаулар жүргізу кезінде есептеледі:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{drs}) , \qquad (1)$$

2-формула бойынша ылғал үлгі негізінде сынаулар жүргізу кезінде есептеледі:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{ws}w_{dm,ws}) \times 100, \qquad (2)$$

мұнда $W_{s,dm}$ – құрғақ заттың килограммға миллиграммда (мг/кг) көрсетілген үлгіде аналит-заттектер болуы;

P_{digs} – өңделген үлгінің, бақылау сынамасы ерітіндісі үшін түзетілген куб дециметрге микрограммда (мкг/дм^3) көрсетілген аналит-заттек шоғыры;

V_{digs} – бұл араластырғаннан кейін өңделген үлгінің куб сантиметрінде көрсетілген көлем;

m_{drs} – бұл құрғақ үлгінің миллиграммында көрсетілген салмақ;

m_{ws} – бұл ылғал үлгінің миллиграммында көрсетілген салмақ

$w_{dm,ws}$ – пайыздық қалыпта көрсетілген ылғал үлгіде құрғақ заттың болуы.

Түптегі шөгінділерге арналған нәтижелер килограммға миллиграммда жазылады (мг/кг). Олар үшін байқалатын белгі жоқ байқау үлгілері үшін «байқау шегі» сияқты нәтижелер жазылады.

12 Анықтау дәлдігі

Зертханааралық сынаулар 2002 жылы көрсетілді, олар өздеріне табиғи су, сарқынды су, буландырылған түптегі қалдықтар мен кептіріліп қойылтылған көлдің тұнба шөгінділерінің үлгілерін қамтыды. Барлық үлгілер екі данада жөнелтіліп талданды. Fe, Mn және Al арналған нәтижелер түптегі үйінділер сынамалары үшін айтылмайды, себебі онда шоғырлар әдіс үшін оңтайлы жұмыс ауқымының шегінен тыс жатты және аз зертханалар нәтижелерін хабарлады. Сарқынды суларда темір мен сүрме және буландырылған түптік шөгінділер үш зертханамен анықталды. Осы үлгімен толық статистикалық бағалау мүмкін болмайды (3-кестені қара).

3-кесте – 2002 жылғы наурызда халықаралық зертханалық салыстыруларға негізделген әдістің жұмыс сипаттамалары

Талдана-тын элемент	үлгі	n	o	$X_{шы-найы}$ мкг/ дм^3	X мкг/ дм^3	Қалпына келтіру, %	Қайтала-ну, түрле-ну коэффициенті, %	Өндірілу, түрлену коэффициенті, %
Ag	SL	9		0,8	1,00	126	8,2	53,1
	SH	9		7,2	8,13	113	3,6	22,9
	FWL	5	1		0,774		8,2	56,9
	FWH	9			5,92		5,0	33,0
	WW	7	1		3,43		8,8	32,0
	Dig	9			1,00		14,0	69,0
	Sed	4	1		0,172[a]		6,5	27,1
Al	SL	6	2	5	5,85	117	14,2	44,3
	SH	10	2	45	38,6	86	2,4	16,4
	FWL	11			170		6,6	46,2
	FWH	11			193		5,4	44,0
	WW	4	2		147		3,9	40,3
As	SL	7	2	9	9,00	100	2,8	14,1
	SH	9	2	81	77,5	96	2,7	10,5
	FWL	9			8,74		7,4	25,2
	FWH	1			68,6		3,6	17,8
	WW	4	1		11,6		4,0	35,9
	Dig	8	1		74,4		4,2	26,9
	Sed	7	1		16,3[a]		3,8	26,2
Cd	SL	3	1	0,3	0,303	101	3,5	17,0
	SH	4	2	2,7	2,81	104	1,9	10,7
	FWL	1	2		0,572		2,9	14,9
	FWH	1	3		3,07		2,1	10,4
	WW	7	2		1,00		3,1	27,5
	Dig	9	2		48,7		2,2	14,8
	Sed	7	3		9,53[a]		3,5	17,0
Co	SL	3		5,5	5,71	104	3,1	8,5
	SH	2	2	49,5	50,6	102	1,0	7,9
	FWL	3			4,23		9,0	14,8
	FWH	3	1		40,5		2,6	10,6
	WW	0			11,6		7,0	32,9
	Dig	1			337		1,6	12,2
	Sed	0			68,0[a]		1,8	15,4
Cr	SL	1	3	1,9	1,91	101	7,5	12,4
	SH	4	1	17,1	17,5	102	2,0	7,9
	FWL	3	1		1,95		7,7	24,7
	FWH	3	2		14,0		2,0	7,3
	WW	7	4		3,91		4,2	40,5
	Dig	9			246		3,7	8,7
	Sed	8	3		51,3[a]		1,3	21,7

3-кесте *(жалғасы)*

Талдана-тын эле-мент	үлгі	n	o	$X_{шы-найы}$ мкг/ $дм^3$	X мкг/ $дм^3$	Қалпына келтіру, %	Қайтала-ну, түрле-ну коэффице нті, %	Өндірілу, түрлену коэффициен ті, %
Cu	SL	8	1	2,5	2,60	104	8,1	13,2
	SH	9	1	22,5	23,0	102	3,8	5,6
	FWL	9			2,37		6,4	15,4
	FWH	0	1		29,8		2,3	7,2
	WW	1	1		5,08		10,0	30,3
	Dig	0	2		216		2,1	9,0
	12	1			43,9[a]		4,0	18,1
Fe	SL	5	1	3	4,43	148	9,0	33,0
	SH	7		27	27,0	100	3,4	13,8
	FWL	7			98,3		2,4	9,9
	FWH	6			116		1,6	11,2
Mn	SL	8		1,5	1,71	114	4,4	30,0
	SH	0		13,5	14,5	108	2,0	15,3
	FWL	8	1		5,47		2,7	22,5
	FWH	0			17,7		3,2	14,6
	WW	5			100		4,3	13,8
Mo	SL	6		4,5	5,69	126	4,6	23,8
	SH	7		40,5	44,3	109	2,8	14,0
	FWL	4			5,76		11,5	13,7
	FWH	6			29,4		3,9	12,7
	WW	5			10,8		5,6	60,2
	Dig	6			12,0		9,5	88,4
	Sed	4			2,84[a]		2,6	73,7
Ni	SL	0		6	5,92	99	3,5	15,0
	SH	0		54	53,6	99	2,0	8,8
	FWL	7	1		3,11		11,7	24,0
	FWH	9			33,2		2,5	9,1
	WW	5	1		11,4		4,1	27,5
	Dig	4	2		294		2,4	6,8
	Sed	2	3		58,9[a]		1,6	7,6
Pb	SL	0	2	5	5,07	101	3,1	12,8
	SH	4	3	45	46,5	103	1,8	8,8
	FWL	2			7,76		8,5	17,2
	FWH	3	1		68,2		2,8	15,0
	WW	5	2		14,6		5,5	36,9
Pb	Dig	9			541		3,1	14,7
	Sed	9	1		104[a]		3,4	14,5
Sb	SL	5		8	7,39	92	3,3	17,9
	SH	7		72	66,9	93	3,4	13,8
	FWL	5			5,78		4,9	21,2
	FWH	7			52,7		3,1	6,6

3-кесте *(жалғасы)*

Талданатын элемент	үлгі	n	o	$X_{шынайы}$ мкг/дм^3	X мкг/дм^3	Қалпына келтіру, %	Қайталану, түрлену коэффициенті, %	Өндірілу, түрлену коэффициенті, %
Se	SL	0		12	11,9	99	5,7	23,0
	SH	1		108	109	101	3,7	21,9
	FWL	0	1		10,2		5,9	13,4
	FWH	1			85,2		2,9	20,8
	WW	8			16,0		9,8	25,6
	Dig	4	1		4,94		7,7	39,5
	Sed	3	1		0,887[a]		0,7	21,7
Tl	SH	5	-	36	37,0	103	6,6	19,9
	FWL	3			4,20		3,4	40,6
	FWH	5			27,7		3,0	40,7
	Sed	3			0,928[a]		6,3	34,2
V	SL	5		15	15,1	101	1,2	15,9
	SH	5		135	138	102	1,4	12,4
	FWL	3			12,3		8,4	11,1
	FWH	5			83,8		2,3	13,1
	WW	3			50,0		1,1	56,4
	Dig	5			330		1,6	17,3
	Sed	4			63,0[a]		6,0	19,2
Zn	SL	5	1	0,5	0,579	116	10,8	47,6
	SH	5	1	4,5	3,71	82	2,1	35,9
	FWL	6	1		1,17		8,8	40,3
	FWH	7			5,99		6,5	30,4
	WW	4			120		2,0	7,0
	Dig	3			1373		3,0	25,0
	Sed	4			233[a]		1,6	23,4

n – бұл ерекшеленген жеке аналитикалық мәндер саны;
o – бұл шығатын мәндер саны;
x_{true}- бұл анықтау бойынша «шынайы» мәні;
x – бұл жалпы орташа сан;
CV – бұл түрлену коэффициенті;
SL – бұл төмен шоғырлану жағдайында синтетикалық ерітінді;
SH – бұл жоғары шоғырлану жағдайында синтетикалық ерітінді;
FWL – бұл төмен шоғырлану жағдайында тұщы су;
FWH - бұл жоғары шоғырлану жағдайында тұщы су;
WW – бұл қатысушылар өңдеген сарқынды сулар;
Dig – бұл HNO_3 өңделген тұнба шөгінділер;
Sed – бұл қатысушылар өңдеген түптегі үйінділер сынамалары.
[a] Түптегі үйінділердің құрғақ сынамасына арналған нәтижелер мкг/г-да.

13 Сынау нәтижелері

Сынау хаттамасында мынадай ақпарат болуы керек:
а) осы стандарт белгіленуі мен атауы;

б) үлгілерді сынау әдістері;

в) үлгіні алдын ала өңдеу туралы ақпарат (мысалы қышқыл қосу арқылы сақталған (сүзілмеген), сүзілген (ерітілген) немесе қышқылмен өңделген);

г) егер 100 $см^3$ үлгінің 0,5 $см^3$ артық болса, қышқылды сақтау үшін қосылған саны;

д) ыдырату әдісі туралы ақпарат;

е) су мен шөгінді үлгілері бойынша нәтижелер;

ж) үлгілерді іріктеу және сынау күндері;

з) сынаулар өткізу шарттары.

и) осы сынауларды өткізген ұйым (сынақ зертханасының) атауы.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Негізгі ерітіндіні дайындау, 1000 мг\дм^3

А.1 Жалпы ережелер

Барлық химиялық реактивтер (таза металдар, оксидтер, тұздар) ерекше көрсетілген жағдайлардан басқа кезде 105 °С температурасы жағдайда 1 сағат ішінде кептірілуі керек.

Негізгі ерітіндіні дайындауға арналған металлдар мен тиісті металл тұздарының саны А.1-кестесінде көрсетілген.

А.1-кестесі - Негізгі ерітіндіні дайындауға арналған металлдар мен тиісті металл тұздарының саны

Элемент	құрам	Формула	Салмақ (г)
Ag	Металл	Ag	1,000
Al	Металл	Al	1,000
As	Күшән үш оксиді	As_2O_3	1,320
Cd	Металл [a]	Cd	1,000
Co	Металл [a]	Co	1,000
Cr	Хром үш оксиді	CrO_3	1,923
Cu	Металл [b]	Cu	1,000
Fe	Металл [b]	Fe	1,000
Mn	Металл	Mn	1,000
Mo	Молибден үш оксиді	MoO_3	1,500
Ni	Металл	Ni	1,000
Pb	Қорғасын нитраты	$Pb(NO_3)_2$	1,599
Sb	Металл ұнтақ	Sb	1,000
Se	Селен үш оксиді	SeO_2	1,405
Tl	Таллий нитраты	$TlNO_3$	1,303
V	Металл [a]	V	1,000
Zn	Металл [a]	Zn	1,000
[a] (1+9) HNO_3 тазартылған қышқыл [b] (1+1) HCl тазартылған қышқыл			

А.2 Негізгі ерітінділер

А.2.1 *Күмістің* негізгі ерітіндісі (Ag)

Термотұрақты стақанға 1,00 г күміс салады, 80 см^3 азот қышқылын қосады (1:1) және металл толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткіземіз. Ерітіндіні күңгірт шыныдан жасалған ыдыста сақтайды немесе ыдысты күн сәулесі түспейтіндей алюминий жұқалтырмен орап қояды.

А.2.2 *Алюминийдің* негізгі ерітіндісі (Al)

Термотұрақты стақанға 1,00 г алюминий салады, 4 $см^3$ хлор сутегі қышқыл (1:1) мен 1 $см^3$ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісін қосады. Металл толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше рет шаяды, 10 $см^3$ хлор сутекті қышқыл қосады (1:1) және құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.3 *Күшән* (As) мен *молибденнің* (Mo) негізгі ерітінділері

Термотұрақты стақандарға 1,32 г күшән үш оксидін немесе 1,5 г молибден үш оксидінен жасалған қоспаны салады, әр стақанға 100 $см^3$ су мен 10 $см^3$ аммиактың шоғырлы ерітіндісін қосады. Металл оксидтерінің толық ерігеніне дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Күшәннің негізгі ерітіндісінің қышқылдығын 20 $см^3$ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісін қосып арттырады. Салқындағаннан кейін ерітінділерді сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыларға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақандарды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінділердің көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.4 Негізгі ерітінділер: *кадмий* (Cd), *кобальт* (Co), *мыс* (Cu), *марганец* (Mn), *ванадий* (V) және *мырыш* (Zn)

Термотұрақты стақандарға А.1-кестесіне сәйкес металл өлшенділерін салады, әр стақанға 50 $см^3$ азот қышқылының (1:1) ерітіндісін қосады. Металл толық ерігеніне дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітінділерді сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыларға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақандарды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінділердің көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.5 *Хромның* негізгі ерітіндісі (Cr)

Термотұрақты стаканға 1,923 г хром үш оксидін салады, 120 $см^3$ азот қышқылын қосады (1:5). Ерітіндіні сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.6 *Темірдің* негізгі ерітіндісі (Fe)

Термотұрақты стақанға 1,00 г темір салады, 100 $см^3$ хлор сутекті қышқыл ерітіндісін қосады (1:1). Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше реет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.7 *Никельдің* негізгі ерітіндісі (Ni)

Термотұрақты стақанға 1,00 г никель салады, 20 $см^3$ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісі қосады. Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды су-

мен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.8 *Қорғасынның* негізгі ерітіндісі (Pb)

Термотұрақты стақанға 1,599 г қорғасын нитратын салады, 20 $см^3$ азот қышқылының ерітіндісін қосады (1:1). Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше реет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.9 *Сүрменің* негізгі ерітіндісі (Sb)

Термотұрақты стақанға 1,00 г сүрменің металл ұнтағын салады, 20 $см^3$ азот қышқылын (1:1) және 10 $см^3$ шоғырланған хлор сутекті қышқыл қосады. 100 $см^3$ су және 1,50 г шарап қышқылын қосады. Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

А.2.10 *Селеннің* негізгі ерітіндісі (Se)

Сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға 1,405 г селен диоксидін салады, 200 $см^3$ су қосады, араластырып қоспаны ерітеді, содан кейін құтыда ерітінді көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді.

А.2.11 *Таллийдің* негізгі ерітіндісі (Tl)

Сиымдылығы 1 $дм^3$ өлшемді құтыға 1,303 г таллий нитратын салады, 200 $см^3$ су қосады, араластырып тұзды ерітеді, содан кейін 10 $см^3$ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісін қосады, содан кейін құтыда ерітінді көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді.

Негізгі құрамдар жеке дайындалып сақталуы керек, оларды жыл сақтау ұсынылады.

В қосымшасы
(міндетті)

Тұнба үйінділерінің үлгілерін күйдіру

В.1 Реактивтер

В.1.1 Су, 1 класс ISO3696 (≤ 0,01 мСм/м) көрсетілген.

Суды пайдаланғанға дейін оның сапасын тексеру маңызды.

В.1.2 Азот қышқылы, шоғырланған, $c(HNO_3)$ = 14,4 моль/дм^3,

$p \approx 1{,}40$ кг/дм^3 (65 %)

В.1.3 Азот қышқылы, $c(HNO_3) \approx 7$ моль/дм^3

Сиымдылығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су салады (5.1-т қара) және 490 см^3 шоғырланған азот қышқылын құяды (5.2-т қара), ерітіндіні белгіге дейін сумен (5.2-т қара) жеткізеді және әбден араластырады.

В.1.4 Хлор сутекті қышқыл, шоғырланған, c(HCl) = 12,1 моль/дм^3, $\rho \approx$ 1,19 кг/дм^3 (37 %)

В.1.5 Хлор сутекті қышқыл, c(HCl) = 6 моль/дм^3

Шоғырланған хлор сутекті қышқылдың бір көлемін (Б.1.4-т қара) араластырып тұрып судың бір көлеміне қосады (В.1.1-т қара).

В.2 Жабдық

В.2.1 Ферменттелген гидролизге арналған ыдыстар бор силикат шыныдан немесе тең бағалы сапалы шыныдан жасалған түссіз, сыйымдылығы шамамен 100 см^3 және қақпақтары бұралатын шөлмектерден тұрады.

Шөлмектер мен бұралатын қақпақтар 200 кПа (120° С) қысымға төтеп берулері керек.

В.2.2. 200 кПа (120° С) қысым астында жұмыс істей алатын бу зарарсыздандырғыш.

В.3 Ферментативтік гидролиз

В.3.1 Әдіс негізі

Түптік шөгінді сыналарын өлшеу керек. Азот қышқылын не хлор сутекті (тұз) және азот қышқылын (таза арақ) қосу керек және жабық ыдыстағы үлгілерді қысым астында өңдеңіз (120 °С жағдайында). Сұйық кезеңде қорытынды анықтау жүргізу керек.

Графитті пеш әдісінде хлорид күшті бөгеуілдер беріп проблема тудыратындықтан азот қышқылымен гидролиз ұсынылады. Кейбір элементтер үшін (мысалы осы стандартта Sb) азот қышқылы жарамсыз болып табылады және таза арақ пайдалануы керек.

В.3.2 Азот қышқылымен ферментативті гидролиз

Дәл өлшенген үлгі саны, ең жоқ дегенде 1 г құрғақ материал немесе ылғал үлгінің балама санын 20 см^3 азот қышқылын қосып $c \approx 7$ моль/дм^3 (В.1.3-т қара) ферментативті гидролиз үшін ыдысқа ауыстыру керек (В.2.1-қара). Сосын құтыны тығыздап жабу керек және 120 °С (200 кПа)

жағдайында 1 сағат ішінде бумен зарарсыздандырғыш үшін берілген өндірушінің нұсқаулығын ұстанып қыздыру керек. Салқындату, ашу және әр ыдыста сорғыш қалпақта саңылау жасау керек. 1-ерітіндіні сиымдылығы 100 $см^3$ өлшемді құтыға сандық ауыстыру және белгіге дейін сумен араластыру керек (В.1.1-т қара). Барлық ерітілмеген материалдар ерітіндіге батқаннан кейін сынаулар таза сұйықтық кезеңінде жүргізіледі. Кейде гидролиз өнімдерін сүзу немесе үйірткілеу керек болады.

Ферментативті гидролиз, егер қысым астында өңдеу кезінде осы тармақшада жоғарыда сипатталған әдістегідей нәтижелер алынса, қысым астында микро толқынды пеште жабық ыдыста жүргізіле алады.

Байқау үлгілеріне ұқсас тәсілмен реактивтің бақылау бос сынамасының кем дегенде бір ерітіндісін қорытынды көлемді солай араластырып, бірақ нақты үлгіні өткізіп дайындау керек.

В.3.3 таза арақтың ферментативті гидролизі

Үлгінің дәл өлшенген санын, жоқ дегенде 1 г құрғақ материалды немесе ылғал үлгінің балама санын өңдеуге арналған флягаға ауыстыру керек (В.2.1-т қара). 15 $см^3$ хлор сутекті (тұз) қышқылын, $с \approx 6$ моль/л (В.1.5-т қараңыз), сосын 5 $см^3$ азот қышқылын, $с \approx 7$ моль/$дм^3$ (В.1.3-т қараңыз) қосады. Көзге көрінетін реакция тоқтағанға дейін үлгі міндетті түрде тұндырылуы керек. Гидролизге арналған ылғалды тығыздап жабу және жағдайында 1 сағат бойына 120 °С (200 кПа) жағдайында бумен зарарсыздандырғыш үшін берілген өндірушінің нұсқаулығын ұстанып қыздыру керек. Салқындату, ашу және әр ыдыста сорғыш қалпақта саңылау жасау керек. 1-ерітіндіні сиымдылығы 100 $см^3$ өлшемді құтыға сандық ауыстыру және белгіге дейін сумен араластыру керек (В.1.1-т қараңыз). Барлық ерітілмеген материалдар ерітіндіге батқаннан кейін сынаулар таза сұйықтық кезеңінде жүргізіледі. Кейде гидролиз өнімдерін сүзу немесе үйірткілеу керек болады.

Ферментативті гидролиз, егер қысым астында өңдеу кезінде осы тармақшада жоғарыда сипатталған әдістегідей нәтижелер алынса, қысым астында микро толқынды пеште жабық ыдыста жүргізіле алады.

Байқау үлгілеріне ұқсас тәсілмен реактивтің бақылау бос сынамасының кем дегенде бір ерітіндісін қорытынды көлемді солай араластырып, бірақ нақты үлгіні өткізіп дайындау керек.

С қосымшасы
(ақпараттық)

Параметрлердің анықталатын күйге келтірілу мысалдары

С.1 Жалпы ережелер

Түрлі өндірушілерден, сондай-ақ ескі мен жаңа үлгілер арасында өлшеулер құралдары арасында үлкен айырмашылықтар болуы мүмкін. Бастапқы сынаулар кезінде өндірушілер ұсынатын жабдықтарды, температураларды пайдалану ұсынылады.

С.1 -кестесі- Анықталатын параметрлер күйлері

Элемент	Толқын ұзындығы, нм	Саңылау ені, нм	Күйдіру температурасы, °С		Тозаңдату температурасы, °С	
			түрленді рушімен	түрлендірусіз	түрлендіру шімен	түрлендірусіз
Ag	328,1	0,7	650	1000/650	1600	2200/2200
Al	309,3	0,7	1400	1700/1700	2500	2350/2400
As	193,7	0,7	300	1400/1300	1900	2200/2500
Cd	228,8	0,7	300	900/900	1250	1100/1800
Co	240,7	0,2	1100	1400	2200	2400
Cr	357,9	0,7	1050	1650	2300	2600
Cu	324,7	0,7	1100	1100	2300	2600
Fe	248,3	0,2	1000	1400	1900	2400
Mn	279,5	0,2	1100	1400/1400	2100	2300/2200
Mo	313,3	0,7	1800	-	2700	-
Ni	232,0	0,2	1100	1400	2400	2400
Pb	283,3	0,7	600	1200/600	1500	2000/1900
Sb	217,6	0,7	900	1200/1100	1900	1900/2400
Se	196,0	2,0	200	1000/900	2100	2100/2000
Tl	276,8	0,7	600	1000	1350	1650
V	318,4	0,7	1400	-	2650	-
Zn	213,9	0,7	600	1000/600	1300	2000

[a] Екі балама химиялық түрлендіргіш ұсынылатын жағдайда температуралардың балама мәндері

Библиография

[1] ISO 15586-2:2003 Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace (Су сапасы. Графитті пешті пайдаланып атомды-абсорбциялық спектрометрия әдісімен элементтер болуын анықтау).

ӘОЖ 628.1:543.3(083.74) **МСЖ 13.060.50** **IDT**

Түйінді сөздер: су, элементтер, салмақтық шоғырлануды анықтау, атомды-абсорбциялық спектрометрия.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

СТ РК 2214-2012

(ISO 15586:2003 Water quality. Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace, MOD)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» и техническим комитетом по стандартизации № 53 «Сертификация машиностроительной, металлургической, строительной продукции и услуг» ТОО «Технократ Плюс».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 16 октября 2012 года № 491-од.

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 15586:2003 «Water quality-Determination of trace elemets using atomic absortion spestrometry with graphite furnace» (Качество воды. Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта ISO 15586 имеется в Едином фонде технических регламентов и стандартов.

Степень соответствия – модифицированный (MOD).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2018 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты».

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

Дата введения 2013-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на поверхностные, грунтовые, питьевые, сточные воды и воды в донных отложениях и устанавливает методы определения массовой концентрации элементов Ag, Al, As, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V и Zn с использованием атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией в графитовой печи. Данный метод применяется для определения низкой концентрации элементов.

Минимальная концентрация обнаружения (порог обнаружения) для каждого элемента зависит от матрицы проб, инструмента, вида распылителя и использования химических модификаторов. Для проб воды с простой матрицей (например, низкой концентрации растворенного вещества и частиц) пределы обнаружения метода будут близки к пределу обнаружения чувствительности прибора. Минимальные приемлемые значения предела обнаружения для 20-µl(мкл) объема выборки приведены в Таблице 1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК ИСО 5667-1-2006 Качества воды отбор проб.Часть 1 Руководство по составлению программ отбора проб.

СТ РК ИСО 5667-6-2008 Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и ручьев.

ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения.

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры,

мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3771-74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия.

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 10157-79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия.

ГОСТ 11088-75 Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия.

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 14836-82 Палладий в порошке. Технические условия.

ГОСТ 19241-80 Никель и низколегированные никелевые сплавы, обрабатываемые давлением. Марки.

ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ISO 5667-3* Water quality. Sampling. Part 3. Guidance on the preservation and handling of water samples (Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды).

ISO 5667-4* Water quality. Sampling; Part 4. Guidance on sampling from lakes, natural and man-made (Качество воды. Отбор проб. Часть 4. Руководство по отбору проб из естественных и искусственных озер).

ISO 5667-5* Water quality. Sampling. Part 5. Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems (Качество воды. Отбор проб. Часть 5. Руководство по отбору проб питьевой воды из очистных сооружений и трубопроводных распределительных систем).

ISO 5667-10* Water quality. sampling; part 10. guidance on sampling of waste waters (Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководство по отбору проб из сточных вод).

ISO 5667-11* Water quality. Sampling. Part 11. Guidance on sampling of groundwaters (Качество воды. Отбор проб. Часть 11. Руководство по отбору проб грунтовых вод).

ISO 5667-15* Water quality. Sampling. Part 15. Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples (Качество воды. Отбор проб. Часть 15. Руководство по консервированию и обработке проб осадка и отложений).

ISO 15587-1* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 1. Aqua regia digestion (Качество воды. Гидролитичес-

кое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 1. Гидролитическое разложение в царской водке).

ISO 15587-2* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 2. Nitric acid digestion (Качество воды. Гидролитическое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 2. Гидролитическое разложение в азотной кислоте).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ При применении настоящего Стандарта пользователи должны быть ознакомлены с правилами эксплуатации лаборатории. Стандарт не предусматривает решений всех проблем, связанных с безопасностью. Сотрудник лаборатории должен соблюдать правила безопасности и охраны здоровья в соответствии с нормативными документами, действующими на территории Республики Казахстан.

Таблица 1 - Характерные массы, пределы обнаружения прибора и оптимальные диапазоны работы для проб воды при использовании 20-µl(мкл) объема выборки

Элемент	Характерная масса, m_0[a], пг	Порог обнаружения [b] µg/l(мкг/дм^3)	Оптимальный диапазон работы [c] µg/l(мкг/дм^3)
Ag	1,5	0,2	от 1 до 10
Al	10	1	от 6 до 60
As	15	1	от 10 до 100
Cd	0,7	0,1	от 0,4 до 4
Co	10	1	от 6 до 60
Cr	3	0,5	от 2 до 20
Cu	5[d]	0,5	от 3 до 30
Fe	5	1	от 3 до 30
Mn	2,5	0,5	от 1,5 до 15
Mo	10	1	от 6 до 60
Ni	13	1	от 7 до 70
Pb	15	1	от 10 до 100
Sb	20	1	от 10 до 100
Se	25	2	от 15 до 150
Tl	10[d]	1	от 6 до 60
V	35	2	от 20 до 200
Zn	0,8	0,5	от 0,5 до 5

[a] Характерной массой (m_0) элемента является масса в пикограммах, соответствующая сигналу 0,0044 с , при использовании для оценки.объединенного коэффициента поглощения (площадь пика).

[b] Пороги обнаружения рассчитываются в качестве отклонения повторяющихся изменений нулевого раствора, умноженного на три.

[c] Оптимальный диапазон работы определяется как интервал концентрации, соответствующий объединенным показаниям коэффициента поглощения между 0,05 с и 0,5 с.

[d] Если используется поправка фона эффекта Зеемана, значение m_0 будет выше.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.

3 Сущность метода

Пробы воды консервируют кислотной обработкой, либо с применением ферментативного гидролиза. Пробы донных наносов перерабатываются. Малая аналитическая навеска раствора образца впрыскивается в графитовую печь атомно-абсорбционного спектрометра. Печь нагревают электрически, постепенно увеличивая температуру. Образец высушивают, пиролизируют и измельчают. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся в результате электротермической атомизации анализируемой пробы в графитовой печи спектрометра. Источник излучает свет, характерный для определенного элемента (или элементов). Когда луч света проходит через атомное облако в нагретой графитовой печи, свет избирательно поглощается атомами выбранного элемента (-ов). Уменьшение интенсивности света измеряется прибором обнаружения на характерной длине волны. Концентрация элемента в образце определяется посредством сравнения коэффициента поглощения образца и коэффициента поглощения градуировочного раствора. При необходимости препятствия могут быть преодолены путем добавления к образцам матричных модификаторов до начала анализа, либо путем осуществления градуировки со стандартным методом добавок.

Результаты даны в виде массы аналит-вещества, определяемой при анализе (микрограммы (µg) или миллиграммы (mg)) на кубический дециметр воды, либо на килограмм сухого материала в осадочных отложениях.

4 Влияние веществ на результаты анализов

Некоторые растворы образца, особенно сточные воды и ферментативный гидролиз осадочных отложений, могут содержать большое количество веществ, которые влияют на результаты. Высокая концентрация хлорида может послужить причиной низких результатов, поскольку увеличивается испаряемость многих элементов, и в течение стадии пиролиза может произойти потеря аналит-вещества. Матричный эффект может быть частично или полностью преодолен посредством оптимизации температурной программы, использования пиролитически покрытых труб и платформ, использования химических модификаторов, стандартного метода добавок и коррекции фона.

5 Реактивы

Для предварительной обработки образцов и подготовки растворов используются химические реактивы марки х.ч. или о.с.ч.

5.1 Вода, 1 категории, в соответствии с ISO 3696 (≤0,01 мсек/м).

Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная по

ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20298.

5.2 Азотная кислота, концентрированная, $c(HNO_3)$=14,4 моль/дм^3, ρ≈1,4 кг/дм^3 (65 %).

Кислота азотная ГОСТ 4461.

Возможно применение азотной кислоты с концентрацией при ρ=1,40 кг/дм^3 (65 %) и при ρ=1,42 кг/дм^3 (69 %). Оба варианта пригодны для использования в данном методе, обеспечивая этим минимальное содержание аналит-вещества.

5.3Азотная кислота, $c(HNO_3)$ =7 моль/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 490 см^3 концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают

5.4 Азотная кислота, $c(HNO_3)$=1 моль/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 70 см^3 концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.5 Азотная кислота, $c(HNO_3)$≈0,1 моль/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 7 см^3 концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.5.1 Азотная кислота $c(HNO_3)$≈0,3моль/ дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 21 см^3 концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.6 Хлористоводородная кислота, концентрированная, c(HCl)=12,1 моль/дм^3, ρ≈1,19 кг/дм^3 (37 %).

Кислота соляная ГОСТ 3118.

5.7 Хлористоводородная кислота, c(HCl) ≈6 моль/ дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 400 см^3 воды (см.5.1) и приливают 498 см^3 концентрированной хлористоводородной кислоты (см.5.6), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.8 Хлористоводородная кислота, c(HCl) ≈1 моль/ дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 83 см^3 концентрированной хлористоводородной кислоты (см.5.6), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.9 Основной раствор, ρ=1000 мг/дм^3.

Процедуры для подготовки основного раствора из металлов и солей металлов описаны в Приложении А. Основные растворы остаются устойчивыми примерно один год, либо согласно рекомендации производителя.

5.10 Стандартный раствор, ρ=10 мг/дм^3.

Необходимо перенести пипеткой 1000 мкл основного раствора (см.5.9) в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавить 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты (см.5.2) и довести раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешать.

Данный раствор может храниться 6 месяцев.

5.11 Стандартный раствор, ρ=1 мг/дм^3.

Используя пипетку, необходимо перенести 100 мкл основного раствора (см. 5.9) в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавить 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 5.2) и довести раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешать.

Данный раствор может храниться 6 месяцев.

5.12 Стандартный раствор, ρ=100 мкг/дм^3.

Используя пипетку, необходимо перенести 1000 мкл основного раствора 10 мг/дм^3 (см. 5.10) в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавить 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 5.2) и довести раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешать.

Данный раствор может храниться один месяц.

5.13 Градуировочные растворы.

Подготовка градуировочных растворов из стандартных растворов по 5.10 и 5.12.

Следующая процедура может использоваться в качестве примера:

Необходимо поместить группу градуировочных растворов, содержащих 2 мкг/дм^3; 4 мкг/дм^3; 6 мкг/дм^3; 8 мкг/дм^3 и 10 мкг/дм^3 аналит-вещества стандартного раствора 1 мг/дм^3 (см. 5.11), соответственно пипетками 200 мкл, 400 мкл, 600 мкл, 800 мкл и 1000 мкл в мерные колбы вместимостью 100 см^3. Добавить такое же количество кислоты в градуировочные растворы как указано в образцах. При необходимости охладить и разбавить растворы в мерных колбах водой (см. 5.1) до метки. Перемешать полученные растворы в колбах.

Градуировочные растворы ниже 1 мг/дм^3 не должны использоваться более одного месяца, а ниже 100 мкг/дм^3 - не более одного дня.

5.14 Холостые растворы.

Подготовить холостой градуировочный раствор таким же способом, как и градуировочные растворы, не добавляя стандартного раствора. Используется мерная колба вместимостью 100 см^3. Необходимо добавить такое же количество кислоты в градуировочные растворы как указано в образцах. При необходимости охладить и разбавить водой (см.5.1).

5.15 Нитрат палладия/модификатор нитрата магния.

Раствор $Pd(NO_3)_2$ концентрации (10 г/дм^3). *В термостойкий стакан помещают 1,00 г порошкообразного палладия, и добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения*

раствор фильтруют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и промывают фильтр несколькими порциями раствора азотной кислоты концентрации 0,3 моль/дм^3 и доводят объём раствора до метки.

0,259 г $Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$ растворяют в 100 см^3 воды (см.5.1). Раствор нитрата палладия необходимо смешать с раствором нитрата магния. 10 мкл(µl) смешанного раствора содержит 15 мкг(µg) Pd и 10 мкг(µg) Mg $(NO_3)_2$.

Свежий раствор необходимо готовить каждый месяц.

Палладий металлический, порошок (99,94 %) по ГОСТ 14836.

Нитрат магния 6-водный по ГОСТ 11088,ч.д.а.

5.16 Модификатор нитрата магния.

Необходимо растворить 0,865 г $Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$ в 100 см^3 воды (см. 5.1). 10 мкл(µl) данного раствора содержит 50 мкг(µg) $Mg(NO_3)_2$.

5.17 Модификатор первичного кислого фосфорнокислого аммония.

Необходимо растворить 2 г $NH_4H_2PO_4$ в 100 см^3 воды (см. 5.1). 10 мкл(µl) данного раствора содержит 200 мкг(µg) $NH_4H_2PO_4$.

Кислый фосфорнокислый аммоний по ГОСТ 3771.

5.18 Модификаторы первичного кислого фосфорнокислого аммония/нитрата магния.

Необходимо растворить 2 г $NH_4H_2PO_4$ и 0,173 г $Mg(NO_3)_2 \times 6H_2O$ в 100 см^3 воды (см.5.1). 10 мкл(µl) данного раствора содержит 200 мкг(µg) $NH_4H_2PO_4$ и 10 мкг(µg) $Mg(NO_3)_2$.

5.19 Модификатор никеля.

Необходимо растворить 0,200 г никелевого порошка в 1 см^3 концентрированной азотной кислоты (см.5.2) и разбавить 100 см^3 воды (см. 5.1). 10 мкл(µl) данного раствора содержит 20 мкг(µg) $Ni(NO_3)_2$.

Никель по ГОСТ 19241.

5.20 Очищающий и защитный газ, Аргон (Ar) ($\geq$ 99,99 %)

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

6 Средства измерения и вспомогательное оборудование

Стакан термостойкий по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29228.

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

Сушильный шкаф (регулируемая температура нагрева до 250 °С).

Государственные стандартные образцы (далее ГСО) состава водных растворов элементов по ГОСТ 8.135.

ПРИМЕЧАНИЕ Вместо ГСО состава водных растворов индивидуальных элементов допускается использовать многокомпонентные ГСО состава водных

растворов элементов. При отсутствии в реестре государственной системы обеспечения единства измерений необходимых ГСО, допускается использовать аттестованные смеси элементов.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Аквадистилляторы одноступенчатый и двухступенчатый по ГОСТ 28165.

Обычная процедура общей очистки является необходимой для стекла и пластмассы:

- перед применением необходимо замочить оборудование на один день в азотной кислоте, с ≈ 1 моль/дм^3 (см. 5.4), либо в хлористоводородной кислоте, с≈1 моль/дм^3 (см. 5.8);

- промыть водой (см. 5.1) три раза.

Снять части оборудования, состоящие из полиамида (например, винты и гайки в оборудовании для отбора проб), до замачивания оборудования в кислоте.

Принять необходимые меры предосторожности для того, чтобы оборудование, однажды использованное для образцов с высокой концентрацией металлов, не использовалось в будущем для образцов следовых элементов.

6.1 Контейнера для образцов воды, состоят из бутылок, сделанных из полипропилена, полиэтилена или фторированного этилен-пропилена (ФЭП).

Материал бутылок и чашек не должен содержать либо выщелачивать какие-либо аналит-вещества. Бутылки и чашки должны быть изготовлены из бесцветного материала.

Для определения концентрации на крайних следовых уровнях (< 0,1 мкг/дм^3) необходимо очень точно следовать процедуре очистки, как описано ниже:

a) прополоскать новые бутылки ацетоном для того, чтобы убрать возможные остатки жира. В ином случае может быть использовано подходящее дезинфицирующее средство;

b) промыть водой (см. 5.1) несколько раз;

c) замочить в хлористоводородной кислоте, с≈6 моль/дм^3 (см. 5.7), на одну неделю, либо при температуре от 45 °C до 50 °C на 24 ч;

d) промыть водой (см. 5.1) несколько раз;

e) замочить в азотной кислоте, с ≈ 7 моль/дм^3 (см. 5.3), на одну неделю, либо при температуре от 45 °C до 50 °C на 24 ч;

f) промыть водой (см. 5.1) несколько раз и перейти к лабораторной очистке;

g) замочить в азотной кислоте, с ≈ 0,1 моль/дм^3 (см. 5.5), на одну неделю для того, чтобы подготовить бутылки к используемой матрице;

h) промыть водой (см. 5.1) несколько раз;

i) высушить под очищенным воздухом (бокс), если необходима сушка;

j) храните очищенные бутылки в закрытых пластиковых пакетах.

Если указано, что нет необходимости использовать стадии c) и e), то одну из кислот можно исключить. В этом случае хлористоводородная кислота представляется более эффективной для полиэтилена и полипропилена, в то время как азотная кислота предпочтительней используется для ФЭП и стеклотары.

6.2 Контейнеры для образцов осадочных отложений, состоящие из контейнеров с широким горлом из пластмассы или стекла.

Для очистки контейнеров не обязательно использовать кислоты, достаточно промыть водой с дезинфицирующими средствами и ополоснуть деионизированной водой (см. 5.1).

6.3 Фильтровальное оборудование, сделанное из стекла или пластмассы без металлических деталей, очищенное так, как указывает общая процедура очистки в соответствии с Разделом 6.

6.4 Фильтры, мембранные либо капиллярные фильтры, с номинальным радиусом пор 0,45мкм и 0,4мкм соответственно.

Материал не должен выделять или впитывать аналит-вещества. Очищать фильтр в азотной кислоте, с ≈ 0,1 моль/дм^3 (см. 5.5), и промыть несколько раз водой (см. 5.1).

6.5 Агатовая ступка, для дробления осадочных отложений в мелкий порошок, *ГОСТ 12801.*

6.6 Пипетки, емкостью от 100 мкл(µl) до 1000 мкл(µl) *по ГОСТ 29228.*

Предпочтительно, если микро дозаторы будут изготовлены из бесцветной пластмассы, которая не содержит или не выделяет какие-либо аналит-вещества в раствор. Необходимо проверить, чтобы пипетки не загрязняли образцы. Перед использованием пипетки должны промываться раствором.

В зависимости от определяемого уровня концентрации, новые и повторно использованные пипетки могут быть очищены разбавленной кислотой. Например, очистка азотной кислотой, с ≈ 1 моль/дм^3 (см. 5.4), и ополаскивание водой (см. 5.1).

6.7 Атомно-абсорбционный спектрометр, оборудованный графитовой печью, оснащен системой коррекции фона и необходимыми лампами с полым катодом, *с относительной погрешностью не более 1 %.*

В качестве альтернативы могут быть использованы безэлектродные разрядные лампы.

Необходимо поместить вытяжную систему вентиляции над печью во избежание загрязнения воздуха производственного помещения вредным дымом и парами.

6.8 Автоматический пробоотборник, может быть использован для точности определения.

В зависимости от определяемых уровней концентрации новые чаши пробоотборника можно очистить разбавленной кислотой. Повторно используемые чаши нужно всегда промывать кислотой. К примеру, очистить

сосуды азотной кислотой, с ≈ 1 моль/дм^3 (см. 5.4), и промыть водой (см. 5.1). Если они будут использоваться для нахождения ультра малых количеств (<0,1 мкг/дм^3), то может оказаться необходимой стадия особой очистки посредством их наполнения кислотой такого же вида и такой же концентрации, как и в анализируемых образцах. Дать настояться как минимум 2 часа. Несколько раз промыть сосуд водой (см. 5.1).

6.9 Графитовые трубки, пиролитически покрыты платформами предпочтительно для элементов с высокой и средней летучестью, между тем как низколетучие элементы должны распыляться от стены.

При условии, что достигнуты удовлетворительные результаты, далее необходимо следовать рекомендациям производителя касательно использования графитовых трубок и платформ.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Допускается применение других типов средств измерений, оборудования и реактивов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Средства измерения, применяемые в сфере осуществления государственного метрологического контроля, должны быть допущены к применению в республике в соответствии с законодательством Республики Казахстан в области обеспечения единства измерений.

7 Отбор и предварительная обработка проб воды

7.1 Отбор проб

Отбор проб должен производиться в соответствии с *СТ РК ИСО 5667-1*, *СТ РК ИСО 5667-6*, ISO 5667-3, ISO 5667-4, ISO 5667-5, ISO 5667-10, ISO 5667-11 и ISO 5667-15.

Оборудование для отбора проб воды должно быть изготовлено таким образом, чтобы образец не соприкасался с изделиями из металла. Оно должно быть пластмассовым, не выделяющим аналит-вещества в образец, и должно быть пригодным для очистки в разбавленной хлористоводородной кислоте.

7.2 Предварительная обработка проб воды

7.2.1 Общие положения

Предварительная обработка и анализ образцов, в особенности с низкой концентрацией элементов, должны проводиться в «чистых лабораторных» условиях. «Чистый лабораторный» метод требует того, чтобы лаборатория была обеспечена очищенным воздухом, и чтобы образцы были постоянно защищены от загрязнений, возникающих из различных источников. В ряде случаев «чистые боксы» с отфильтрованным ламинарным потоком под слабым избыточным давлением могут быть использованы в качестве подходящего варианта.

Следовые элементы в пробах воды подвергаются анализу одним или

несколькими следующими способами:

а) сохраняемые посредством добавления кислоты (нефильтрованной). Сохранить образец путем добавления азотной кислоты. Частицы должны присутствовать в осадке до начала проведения анализа;

б) отфильтрованный (растворенный). Процедить образец через мембрану или капиллярный фильтр и консервировать отфильтрованный раствор посредством добавления азотной кислоты;

в) обработка кислотой. Обработать сохраненный образец азотной кислотой либо царской водкой.

До проведения анализа хранить сохраненные пробы воды при температуре от 1°С до 5°С в соответствии с ISO 5667-3.

7.2.2 Фильтрование

Фильтрование образцов является необходимым, если анализу подвергаются растворенные формы следовых малых элементов. Необходимо отфильтровать образец непосредственно после отбора проб и до сохранения. Не допускается применять оборудование, в котором образец может соприкасаться с металлическими деталями. Для уменьшения риска загрязнения фильтрование под давлением является предпочтительней вакуумного фильтрования.

Необходимо подготовить, как минимум, один раствор контрольного опыта посредством фильтрования (и сохранения) воды (см. 5.1) таким же способом, как и пробные образцы.

7.2.3 Консервация проб воды

Консервация проб воды в соответствии с ISO 5667-3. Для получения в образцах pH<2 добавьте 0,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (см. 5.2) на 100 $см^3$ образца. Для сохранения проб воды с высоким уровнем щёлочности может оказаться необходимым добавление большего количества кислоты. Важно, чтобы в образец было добавлено достаточно кислоты во избежание потери элемента через эффект поглощения. Зафиксируйте количество добавленной кислоты.

Предпочтительно сохранять образцы в лаборатории в чистой атмосфере во избежание рисков загрязнения. Для растворов холостых контрольных реактивов сохраняйте воду (см. 5.1) тем же способом, что и пробные образцы.

7.2.4 Анализ проб воды

Методы анализа проб воды с применением царской водки и азотной кислотой указаны соответственно в ISO 15587-1 и ISO 155-87-2. Поскольку хлористое соединение может вызвать сильные помехи в методе графитовой печи, рекомендуется анализ воды с применением азотной кислотой. Для некоторых элементов (например, Sb в данном Стандарте) азотная кислота не подходит и должна быть использована царская водка (смесь азотной и соляной кислот).

Подготовьте, как минимум, один раствор холостой пробы (см. 5.1) тем

же способом, что и пробные образцы. До начала проведения анализа расщепления необходимо довести объём пробы в мерной колбе до уровня водой (см. 5.1).

7.3 Предварительная обработка проб донных наносов

7.3.1 Хранение образцов донных наносов

Образцы проб донных наносов после отбора должны храниться в таре изготовителя (см. 6.2) в холодильнике, при необходимости заморозить для дальнейшей обработки (см. ISO 5667-15).

Если анализ проводиться на сухом образце, предпочтительней высушить образец сублимацией, либо в ином случае сушить его при температуре 105 °С в течение 24 ч. Растолочь высушенный образец в агатовой ступке (см. 6.5), при необходимости гомогенизировать и просеять.

Высушенные наносы являются водопоглощающими и при хранении будут впитывать влагу. Образцы, высушенные сублимацией, содержат несколько процентов воды. Необходимо контролировать содержание воды путем высушивания навески при температуре 105 °С до начала расщепления и проведения анализа.

7.3.2 Расщепление образцов донных наносов проводится согласно Приложению В.

8 Химические модификаторы

Химические модификаторы используются для преодоления спектральных и неспектральных помех в образце (матричный эффект).

Посредством измерения образца с помощью, либо без добавления аналит-вещества и посредством сравнения степени восстановления аналит-вещества с градуировочной смесью, часто можно выявить наличие неспектральных помех. Для того чтобы убедиться в эффективности работы с модификатором, такая же процедура повторяется посредством добавления выбранного химического модификатора.

В общем плане целью химического модифицирования является возможность достижения достаточно высокой температуры пиролиза с целью устранения массы загрязнителей до начала стадии распыления. Сочетание Pd и $Mg(NO_3)_2$ считается универсальным модификатором, используемым для многих элементов. Сочетание Pd с реактивом-восстановителем, например, аскорбиновой кислотой, часто используется вместо $Pd/Mg(NO_3)_2$. Фоновое поглощение обычно бывает высоким с $Mg(NO_3)_2$. Также используются прочие модификаторы. Некоторые из них (например, соединения никеля) могут оказаться негодными, поскольку содержат элементы, которые часто присутствуют на установленном оборудовании и могут вызвать загрязнение печи. В Таблице 2 даны некоторые рекомендации по химическим модификаторам для элементов в

Международных стандартах. Могут использоваться прочие химические модификаторы, если они показывают достоверные результаты.

Если используются химические модификаторы, необходимо добавить их в пробные образцы, растворы холостых контрольных реактивов, растворы холостых проб, калибровочные растворы и холостые калибровочные растворы. Для достижения рекомендуемой дозировки по Таблице 2 необходимо добавить 10 мкл(µl) раствора модификатора. Предпочтительней впрыскивать раствор модификатора непосредственно в распылитель автоматического пробоотборника после того, как будет введен образец.

Таблица 2 - Рекомендуемые химические модификаторы

Элемент	Химические модификаторы (5.15 до 5.19)	Величина, мкг[a]
Ag	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $NH_4H_2PO_4$	15 + 10 200
Al	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 50
As	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или Ni (в качестве нитрата)	15 + 10 20
Cd	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $NH_4H_2PO_4 + Mg(NO_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Co	$Mg(NO_3)_2$	50
Cr	$Mg(NO_3)_2$	50
Cu	$Pd + Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Fe	$Mg(NO_3)_2$	50
Mn	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 50
Mo	Не требуется модификатора	-
Ni	$Mg(NO_3)_2$	50
Pb	$Pd + Mg(NO_3)_2$ либо $NH_4H_2PO_4 + Mg(NO_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Sb	$Pd + Mg(NO_3)_2$ либо Ni (в качестве нитрата)	15 + 10 20
Se	$Pd + Mg(NO_3)_2$ либо Ni (в качестве нитрата)	15 + 10 20
Tl	$Pd + Mg(NO_3)_2$	15 + 10
V	Не требуется модификатора	-
Zn	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 6

[a] Величины являются рекомендательными. В некоторых распылителях требуется значительно меньшее количество. См. также рекомендации от производителей приборов.

9 Составление программы работы графитовой печи

Составление программы графитовой печи приведено в Приложении С.

Температурная программа для графитовой печи обычно включает в себя четыре стадии:

a) высушивание;

b) пиролиз (сухая перегонка);

c) распыление;

d) очистка.

Предпочтительно в начале использовать температуру и периодичность испытания при эксплуатации печи, рекомендованные производителем. Необходимо остановить подачу аргона во время стадии распыления.

Необходимо всегда использовать коррекцию фона.

Могут быть использованы переменные длины волн (с различной чувствительностью). Например, для нагрузки может быть использована длина волны 217,00 нм, когда чувствительность в два раза больше, чем при 283,3 нм. Однако шум будет больше и сильнее риска помех. В случае высокой концентрации может быть использована длина волны с более низкой чувствительностью, например, 307,6 нм для Zn и 271,9 нм или 305,9 нм - для Fe.

Для оценки рекомендуется объединенная поглощаемость (площадь пика).

10 Градуировка растворов

10.1 Метод стандартной градуировки

Производить градуировку необходимо с нулевого градуировочного раствора (см. 5.14) и от 3 до 5 равноудаленных градуировочных растворов (см. 5.13) для соответствующего интервала концентрации. Необходимо подчеркнуть, что прямолинейность градуировочной кривой часто ограничена.

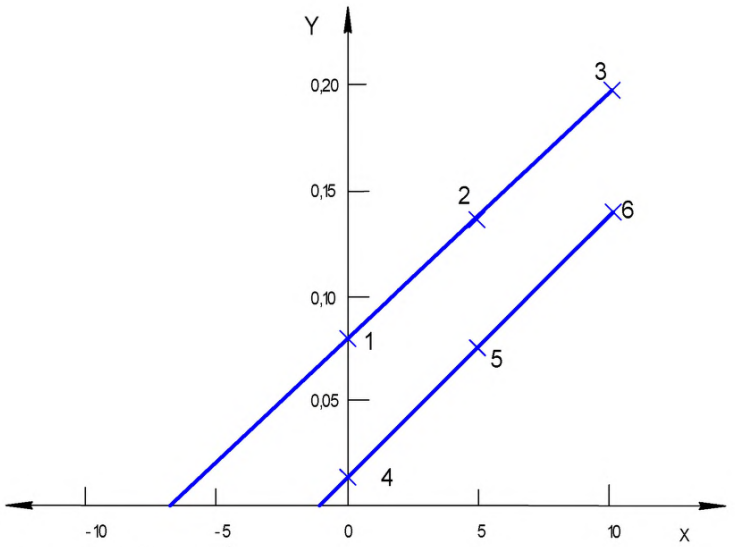
Значения поглощающей способности градуировочного раствора корректируются путем вычитания значения поглощающей способности из нулевого градуировочного раствора. Для нанесения на график градуировочной кривой, либо для расчета статистической характеристики, используются итоговые значения вместе с концентрацией аналит-вещества градуировочного раствора.

10.2 Стандартный метод добавления

Для уменьшения воздействия неспектральных помех, когда не используется химическая модификация либо не устраняется эффект матрицы, может применяться стандартный метод добавления, при условии, что градуировочная кривая вытянута в линию в используемом диапазоне поглощаемости. Стандартный метод добавления не может быть использован для корректировки спектральных помех, таких как нехарактерное фоновое поглощение, и не должен использоваться, если помехи меняют сигнал более чем на три значения.

Подготовка одинаковых объемов пробных образцов проводится в трёх

сосудах (например, чаши автоматического пробоотборника). Добавляется небольшое количество стандартного раствора в два сосуда так, чтобы получить соответствующие значения поглощения, которые на 100% и 200% выше, чем те, которые ожидаются от исходного образца. Добавляется равное количество воды (см.5.1) в третий сосуд. Необходимо тщательно смешать растворы. Объединенная поглощаемость измеряется по ординате, как приведено на Рисунке 1. Таким же образом определяется концентрация аналит-вещества в растворе холостого контрольного реактива, либо в растворе холостой пробы. На Рисунке 1 концентрация аналит-вещества в пробном образце равна 6,67 мкг/дм ^{3}, а в растворе холостой пробы равна 0,36 мкг/дм^3.



X - увеличение (мкг/дм^3);
Y- объединенная поглощаемость;
1 - раствор пробного образца;
2 - раствор пробного образца + 5 мкг/дм^3;
3 - раствор пробного образца + 10 мкг/дм^3;
4 - раствор контрольной пробы;
5 - раствор контрольной пробы + 5 мкг/дм^3;
6 - раствор контрольной пробы + 10 мкг/дм^3.

Рисунок 1 - Пример стандартного увеличения функции калибровки

11 Расчеты

11.1 Результаты для воды

Необходимо вычитать значения концентраций аналит-вещества в растворе пробного образца, растворе холостого контрольного реактива и растворе контрольной пробы из значения концентрации градуировочной кривой, либо рассчитать из градуировочной функции. Коррекция концентрации аналит-вещества в растворе пробного образца проводится путем вычитания концентрации аналит-вещества раствора в холостом контрольном реактиве либо растворе контрольной пробы.

При необходимости проводится поправка на стадии разбавления раствора.

Результаты записываются в микрограммах на кубический дециметр (мкг/дм^3). Для пробных образцов, для которых нет различимых сигналов, приводят результаты как «предел обнаружения».

11.2 Результаты для донных отложений

Необходимо вычитать значения концентраций аналит-вещества в растворе пробного образца и растворе контрольной пробы из градуировочной кривой, либо рассчитать из значений концентрации градуировочной функции. Корректирование концентрации аналит-вещества проводится в растворе пробного образца путем вычитания концентрации аналит-вещества в растворе контрольной пробы.

Содержание аналит-вещества пробных образцов рассчитывается при проведении испытания на сухом материале по следующей Формуле 1:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{drs}) , \qquad (1)$$

либо при проведении испытания на основе влажного образца по Формуле 2:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{ws}w_{dm,ws}) \times 100, \qquad (2)$$

где $W_{s,dm}$ - это содержание аналит-вещества в образце, выраженное в миллиграммах на килограмм (мг/кг) сухого вещества;

P_{digs} - это концентрация аналит-вещества, выраженная в микрограммах на кубический дециметр (мкг/дм^3) обработанного образца, скорректированного для раствора контрольной пробы;

V_{digs} - это объем, выраженный в кубических сантиметрах обработанного образца после разбавления;

m_{drs} - это масса, выраженная в миллиграммах сухого образца;

m_{ws} - это масса, выраженная в миллиграммах влажного образца;

$w_{dm,ws}$ - это содержание сухого вещества во влажном образце, выраженное в процентном содержании.

Результаты для донных отложений записываются в миллиграммах на килограмм (мг/кг). Для пробных образцов, для которых нет обнаруживаемого

сигнала, записываются результаты как «предел обнаружения».

12 Точность определений

Межлабораторные испытания были представлены в 2002 году, они включали в себя образцы природной воды, сточной воды, выпаренных донных остатков и высушенных гомогенизированных озерных осадочных отложений. Все образцы были отправлены и проанализированы в двух экземплярах. Результаты для Fe, Mn и Al не сообщаются для проб донных наносов, поскольку уровни концентрации находились далеко за пределами оптимального диапазона работы для метода, и очень малое количество лабораторий сообщило результаты. Железо и сурьма в сточных водах и выпаренные донные отложения были определены тремя лабораториями. Таким образом, полная статистическая оценка не возможна (см. Таблицу 3).

Таблица 3 - Рабочие характеристики метода, основанные на международном лабораторном сравнении в марте 2002 года

Анализируемый элемент	Образец	n	o	$X_{истинная}$ мкг/дм^3	X мкг/дм^3	Восстановление, %	Повторность, Коэффициент вариации, %	Воспроизводимость, Коэффициент вариации, %
Ag	SL	9		0,8	1,00	126	8,2	53,1
	SH	9		7,2	8,13	113	3,6	22,9
	FWL	5	1		0,774		8,2	56,9
	FWH	9			5,92		5,0	33,0
	WW	7	1		3,43		8,8	32,0
	Dig	9			1,00		14,0	69,0
	Sed	4	1		0,172[a]		6,5	27,1
Al	SL	6	2	5	5,85	117	14,2	44,3
	SH	10	2	45	38,6	86	2,4	16,4
	FWL	11			170		6,6	46,2
	FWH	11			193		5,4	44,0
	WW	4	2		147		3,9	40,3
As	SL	7	2	9	9,00	100	2,8	14,1
	SH	9	2	81	77,5	96	2,7	10,5
	FWL	9			8,74		7,4	25,2
	FWH	1			68,6		3,6	17,8
	WW	4	1		11,6		4,0	35,9
	Dig	8	1		74,4		4,2	26,9
	Sed	7	1		16,3[a]		3,8	26,2
Cd	SL	3	1	0,3	0,303	101	3,5	17,0
	SH	4	2	2,7	2,81	104	1,9	10,7
	FWL	1	2		0,572		2,9	14,9
	FWH	1	3		3,07		2,1	10,4
	WW	7	2		1,00		3,1	27,5
	Dig	9	2		48,7		2,2	14,8
	Sed	7	3		9,53[a]		3,5	17,0

Таблица 3 *(продолжение)*

Анализируемый элемент	Образец	n	o	$X_{истинная}$ мкг/ дм^3	X мкг/ дм^3	Восстановление, %	Повторность, Коэффициент вариации, %	Воспроизводимость, Коэффициент вариации, %
Co	SL	3		5,5	5,71	104	3,1	8,5
	SH	2	2	49,5	50,6	102	1,0	7,9
	FWL	3			4,23		9,0	14,8
	FWH	3	1		40,5		2,6	10,6
	WW	0			11,6		7,0	32,9
	Dig	1			337		1,6	12,2
	Sed	0			68,0[a]		1,8	15,4
Cr	SL	1	3	1,9	1,91	101	7,5	12,4
	SH	4	1	17,1	17,5	102	2,0	7,9
	FWL	3	1		1,95		7,7	24,7
	FWH	3	2		14,0		2,0	7,3
	WW	7	4		3,91		4,2	40,5
	Dig	9			246		3,7	8,7
	Sed	8	3		51,3[a]		1,3	21,7
Cu	SL	8	1	2,5	2,60	104	8,1	13,2
	SH	9	1	22,5	23,0	102	3,8	5,6
	FWL	9			2,37		6,4	15,4
	FWH	0	1		29,8		2,3	7,2
	WW	1	1		5,08		10,0	30,3
	Dig	0	2		216		2,1	9,0
	12	1			43,9[a]		4,0	18,1
Fe	SL	5	1	3	4,43	148	9,0	33,0
	SH	7		27	27,0	100	3,4	13,8
	FWL	7			98,3		2,4	9,9
	FWH	6			116		1,6	11,2
Mn	SL	8		1,5	1,71	114	4,4	30,0
	SH	0		13,5	14,5	108	2,0	15,3
	FWL	8	1		5,47		2,7	22,5
	FWH	0			17,7		3,2	14,6
	WW	5			100		4,3	13,8
Mo	SL	6		4,5	5,69	126	4,6	23,8
	SH	7		40,5	44,3	109	2,8	14,0
	FWL	4			5,76		11,5	13,7
	FWH	6			29,4		3,9	12,7
	WW	5			10,8		5,6	60,2
	Dig	6			12,0		9,5	88,4
	Sed	4			2,84[a]		2,6	73,7
Ni	SL	0		6	5,92	99	3,5	15,0
	SH	0		54	53,6	99	2,0	8,8
	FWL	7	1		3,11		11,7	24,0
	FWH	9			33,2		2,5	9,1
	WW	5	1		11,4		4,1	27,5
	Dig	4	2		294		2,4	6,8

Таблица 3 *(продолжение)*

Анализируемый элемент	Образец	n	o	$X_{истинная}$ мкг/дм^3	X мкг/дм^3	Восстановление, %	Повторность, Коэффициент вариации, %	Воспроизводимость, Коэффициент вариации, %
Ni	Sed	2	3		58,9[a]		1,6	7,6
Pb	SL	0	2	5	5,07	101	3,1	12,8
	SH	4	3	45	46,5	103	1,8	8,8
	FWL	2			7,76		8,5	17,2
	FWH	3	1		68,2		2,8	15,0
	WW	5	2		14,6		5,5	36,9
	Dig	9			541		3,1	14,7
	Sed	9	1		104[a]		3,4	14,5
Sb	SL	5		8	7,39	92	3,3	17,9
	SH	7		72	66,9	93	3,4	13,8
	FWL	5			5,78		4,9	21,2
	FWH	7			52,7		3,1	6,6
Se	SL	0		12	11,9	99	5,7	23,0
	SH	1		108	109	101	3,7	21,9
	FWL	0	1		10,2		5,9	13,4
	FWH	11			85,2		2,9	20,8
	WW	8			16,0		9,8	25,6
	Dig	4	1		4,94		7,7	39,5
	Sed	3	1		0,887[a]		0,7	21,7
Tl	SH	5	-	36	37,0	103	6,6	19,9
	FWL	3			4,20		3,4	40,6
	FWH	5			27,7		3,0	40,7
	Sed	3			0,928[a]		6,3	34,2
V	SL	5		15	15,1	101	1,2	15,9
	SH	5		135	138	102	1,4	12,4
	FWL	3			12,3		8,4	11,1
	FWH	5			83,8		2,3	13,1
	WW	3			50,0		1,1	56,4
	Dig	5			330		1,6	17,3
	Sed	4			63,0[a]		6,0	19,2
Zn	SL	5	1	0,5	0,579	116	10,8	47,6
	SH	5	1	4,5	3,71	82	2,1	35,9
	FWL	6	1		1,17		8,8	40,3
	FWH	7			5,99		6,5	30,4
	WW	4			120		2,0	7,0
	Dig	3			1373		3,0	25,0
	Sed	4			233[a]		1,6	23,4

n - это количество обособленных индивидуальных аналитических значений;
o - это количество выскакивающих значений;
x_{true}- это «истинное» значение по определению;
x - это общее среднее число;
CV - это коэффициент вариации;
SL - это синтетический раствор при низкой концентрации;

SH - это синтетический раствор при высокой концентрации;
FWL - это пресная вода при низкой концентрации;
FWH - это пресная вода при высокой концентрации;
WW - это сточные воды, обработанные участниками;
Dig - это осадочные отложения, обработанные HNO_3;
Sed - это пробы донных наносов, обработанные участниками.

[a] Результаты для сухой пробы донных наносов в мкг/г.

13 Результаты испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) обозначение и наименование настоящего Стандарта;

б) методы испытаний образцов;

в) информацию о предварительной обработке образца (например, сохраненные посредством добавления кислоты (нефильтрованной), отфильтрованные (растворенные) либо обработанные кислотой);

г) количество добавленной для сохранения кислоты, если более 0,5 $см^3$ на 100 $см^3$ образца;

д) информацию о методе расщепления;

е) результаты по образцам воды и осадков;

ж) дату отбора образцов и испытания;

з) условия проведения испытаний.

и) наименование организации (испытательной лаборатории) проводившей данные испытания.

Приложение А
(информационное)

Подготовка основного раствора, 1000 мг\дм^3

А.1 Общие положения

Все химические реактивы (чистые металлы, оксиды, соли) должны быть высушены в течение 1 ч при температуре 105 °С, за исключением особо указанных случаев.

Количество металлов и соответствующих солей металлов для подготовки основного раствора приведено в Таблице А.1.

Таблица А.1 - Количество металлов и металлических солей для подготовки основного раствора

Элемент	Состав	Формула	Вес (г)
Ag	Металл	Ag	1,000
Al	Металл	Al	1,000
As	Триоксид мышьяка	As_2O_3	1,320
Cd	Металл [a]	Cd	1,000
Co	Металл [a]	Co	1,000
Cr	Триоксид хрома	CrO_3	1,923
Cu	Металл [b]	Cu	1,000
Fe	Металл [b]	Fe	1,000
Mn	Металл	Mn	1,000
Mo	Триоксид молибдена	MoO_3	1,500
Ni	Металл	Ni	1,000
Pb	Нитрат свинца	$Pb(NO_3)_2$	1,599
Sb	Металлический порошок	Sb	1,000
Se	Диоксид селена	SeO_2	1,405
Tl	Нитрат таллия	$TlNO_3$	1,303
V	Металл [a]	V	1,000
Zn	Металл [a]	Zn	1,000
[a] Кислота очищенная с (1+9) HNO_3 [b] Кислота очищенная с (1+1) HCl			

А.2 Основные растворы

А.2.1 Основной раствор *серебра* (Ag)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г серебра, добавляют 80 см^3 азотной кислоты (1:1) и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки. Хранят раствор в сосуде из темного стекла, либо необходимо обмотать сосуд алюминиевой фольгой во избежание попадания света.

А.2.2 Основной раствор *алюминия* (Al)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г алюминия, добавляют 4 $см^3$ хлористоводородной кислоты (1:1) и 1 $см^3$ концентрированного раствора азотной кислоты. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, добавляют 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (1:1) и доводят водой объём раствора в колбе до метки.

А.2.3 Основные растворы *мышьяка* (As) и *молибдена* (Mo)

В термостойкие стаканы помещают смесь из 1,32 г триоксида мышьяка или 1,5 г триоксида молибдена, добавляют в каждый стакан 100 $см^3$ воды и 10 $см^3$ концентрированного раствора аммиака. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения оксидов металлов. Повышают кислотность основного раствора мышьяка добавлением 20 $см^3$ концентрированного раствора азотной кислоты. После охлаждения растворы переносят в мерные колбы вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стаканы водой, в которых проводилось растворение навесок, и доводят ею объёмы растворов в колбах до меток.

А.2.4 Основные растворы: *кадмия* (Cd), *кобальта* (Co), *меди* (Cu), *марганца* (Mn), *ванадия* (V) и *цинка* (Zn)

В термостойкие стаканы помещают навески металлов согласно Таблице А.1, добавляют в каждый стакан 50 $см^3$ азотной кислоты (1:1). Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения растворы переносят в мерные колбы вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стаканы водой, в которых проводилось растворение навесок, и доводят ею объём раствора в колбах до меток.

А.2.5 Основной раствор *хрома* (Cr)

В термостойком стакане растворяют 1,923 г триоксида хрома, добавив 120 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:5). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стакан, в котором проводилось растворение навески, водой и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.6 Основной раствор *железа* (Fe)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г железа, добавляют 100 $см^3$ раствора хлористоводородной кислоты (1:1). Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.7 Основной раствор *никеля* (Ni)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г никеля, добавляют 20 $см^3$

раствора концентрированной азотной кислоты. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.8 Основной раствор *свинца* (Pb)

В термостойкий стакан помещают 1,599 г нитрата свинца, добавляют 20 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1). Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.9 Основной раствор *сурьмы* (Sb)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г металлического порошка сурьмы, добавляют 20 $см^3$ азотной кислоты (1:1) и 10 $см^3$ концентрированной хлористоводородной кислоты. Добавляют 100 $см^3$ воды и 1,50 г винной кислоты. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.10 Основной раствор *селена* (Se)

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 1,405 г диоксида селена, добавляют 200 $см^3$ воды, растворяют смесь, перемешивая её, затем доводят водой объём раствора в колбе до метки.

А.2.11 Основной раствор *таллия* (Tl)

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 1,303 г нитрата таллия, добавляют 200 $см^3$ воды, растворяют соль, перемешивая её, затем добавляют 10 $см^3$ концентрированного раствора азотной кислоты, доводят водой объём раствора в колбе до метки.

Основные составы должны готовиться и храниться отдельно, их рекомендуется хранить год.

Приложение В
(обязательное)

Гидролиз образцов донных наносов

В.1 Реактивы

В.1.1 Вода, Класс 1 указан в ISO3696 (≤ 0,01 мСм/м)

Важно проверить качество воды до ее использования.

В.1.2 Азотная кислота, концентрированная, $c(HNO_3)$ = 14,4 моль/дм^3, $p \approx 1{,}40$ кг/дм^3 (65 %)

В.1.3 Азотная кислота, $c(HNO_3) \approx 7$ моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 490 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 5.2), доводят раствор водой (см. 51) до метки и тщательно перемешивают

В.1.4 Хлористоводородная кислота, концентрированная, c(HCl) = 12,1 моль/дм^3, ρ ≈ 1,19 кг/дм^3 (37 %)

В.1.5 Хлористоводородная кислота, c(HCl) = 6 моль/дм^3

Один объем концентрированной хлористоводородной кислоты (см. Б.1.4) добавляют к одному объему воды (см. В.1.1) при перемешивании.

В.2 Оборудование

В.2.1 Сосуды для ферментативного гидролиза, состоят из бесцветных бутылок, сделанных из боросиликатного стекла либо из стекла равноценного качества, емкостью около 100 см^3 и оснащенными закручивающимися крышками.

Бутылки и закручивающиеся крышки должны выдерживать давление 200 кПа (120° С).

В.2.2. Паровой стерилизатор, способный работать под давлением 200 кПа (120° С).

В.3 Ферментативный гидролиз

В.3.1 Сущность метода

Необходимо взвесить проб донных отложений. Добавить азотную кислоту, либо хлористоводородную (соляную) и азотную кислоту (царская водка) и обработайте образцы в закрытых сосудах под давлением (при 120 °С). Необходимо провести заключительное определение на жидкой стадии.

Поскольку хлорид может вызвать проблемы, давая сильные помехи в методе графитовой печи, то рекомендуется гидролиз азотной кислотой. Для некоторых элементов (например, Sb в настоящем Стандарте) азотная кислота является непригодной и должна быть использована царская водка.

В.3.2 Ферментативный гидролиз азотной кислотой

Точно взвешенное количество образца, максимум 1 г сухого материала, либо эквивалентное количество влажного образца необходимо перенести в сосуд для ферментативного гидролиза (см. В.2.1), добавляя 20 см^3 азотной кислоты, с ≈ 7 моль/дм^3 (см. В.1.3). Затем необходимо плотно закрыть колбу

и нагреть при 120 °С (200 кПа) в течение 1 ч, следуя инструкциям производителя, данным для парового стерилизатора. Охладить, открыть и сделать в каждом сосуде отверстие в вытяжном колпаке. Количественно перенести раствор 1 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавить до метки водой (см. В.1.1). Как только все нерастворенные материалы погрузятся в растворе, испытания проводятся на стадии чистой жидкости. Иногда необходимо отфильтровывать либо центрифугировать продукты гидролиза.

Ферментативный гидролиз также может проводиться в закрытых сосудах в микроволновой печи под давлением, если во время обработки под давлением получаются такие же результаты, как в вышеописанном методе в данном подпункте.

Необходимо подготовить как минимум один раствор контрольной холостой пробы реактива таким же способом, что и пробные образцы, также разбавляя конечный объем, но пропуская фактический образец.

В.3.3 Ферментативный гидролиз царской водкой

Необходимо перенести точно взвешенное количество образца, максимум 1 г сухого материала либо эквивалентное количество влажного образца во флягу для обработки (см. В.2.1). Добавить 15 $см^3$ хлористоводородной (соляной) кислоты, с ≈ 6 моль/л (см. В.1.5), затем 5 $см^3$ азотной кислоты, с ≈ 7 моль/$дм^3$ (см. В.1.3). Обязательно образец должен отстоять, пока видимая реакция не остановится. Необходимо плотно закрыть флягу для гидролиза и нагреть при 120 °С (200 кПа) в течение 1 ч, следуя инструкциям производителя и данным для парового стерилизатора. Охладить, открыть и сделать в каждом сосуде отверстие в вытяжном колпаке. Количественно перенести раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавить до метки водой (см. В.1.1). Как только все нерастворенные материалы погрузятся в растворе, испытания проводятся на стадии чистой жидкости. Иногда необходимо отфильтровывать, либо центрифугировать продукты гидролиза.

Ферментативный гидролиз также может производиться в закрытых сосудах в микроволновой печи под давлением, если во время обработки под давлением получаются такие же результаты, как в вышеописанном методе в данном подпункте.

Необходимо подготовить как минимум один раствор контрольной холостой пробы реактива таким же способом, что и пробные образцы, также разбавляя конечный объем, но пропуская фактический образец.

Приложение С
(информационное)

Примеры определяющих настроек параметров

С.1 Общие положения

Могут существовать большие различия между измерительными приборами от различных производителей, а также как между старыми и новыми моделями. Рекомендуется использовать температуру, предлагаемую производителями оборудования при первоначальных испытаниях.

Таблица С.1 - Определяющие настройки параметров

Элемент	Длина волны, нм	Ширина зазора, нм	Температура пиролиза, °С		Температура распыления, °С	
			С модификатором	Без модификатора[a]	С модификатором	Без модификатора[a]
Ag	328,1	0,7	650	1000/650	1600	2200/2200
Al	309,3	0,7	1400	1700/1700	2500	2350/2400
As	193,7	0,7	300	1400/1300	1900	2200/2500
Cd	228,8	0,7	300	900/900	1250	1100/1800
Co	240,7	0,2	1100	1400	2200	2400
Cr	357,9	0,7	1050	1650	2300	2600
Cu	324,7	0,7	1100	1100	2300	2600
Fe	248,3	0,2	1000	1400	1900	2400
Mn	279,5	0,2	1100	1400/1400	2100	2300/2200
Mo	313,3	0,7	1800	-	2700	-
Ni	232,0	0,2	1100	1400	2400	2400
Pb	283,3	0,7	600	1200/600	1500	2000/1900
Sb	217,6	0,7	900	1200/1100	1900	1900/2400
Se	196,0	2,0	200	1000/900	2100	2100/2000
Tl	276,8	0,7	600	1000	1350	1650
V	318,4	0,7	1400	-	2650	-
Zn	213,9	0,7	600	1000/600	1300	2000

[a] Альтернативные значениями температуры для случаев, когда рекомендовано два альтернативных химических модификатора

Библиография

[1] ISO 15586-2:2003 Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace (Качество воды. Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи).

УДК 628.1:543.3(083.74) **МКС 13.060.50** **IDT**

Ключевые слова: вода, элементы, определение массовой концентрации, атомно-абсорбционная спектрометрия.

Басуға _____ж. қол қойылды. Пішімі 60х84 1/16 Қағазы офсеттік.
Қаріп түрі «Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана.
Тапсырыс ____ _____
«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8(7172) 240074, 793324

gost.e-ecolog.ru