ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 17294-2-2007

Качество воды

ПРИМЕНЕНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Часть 2. Определение 62 элементов

Якасць вады

ПРЫМЯНЕННЕ МАС-СПЕКТРАМЕТРЫІ З ІНДУКТЫЎНА ЗВЯЗАНАЙ ПЛАЗМАЙ

Частка 2. Вызначэнне 62 элементаў

(ISO 17294-2:2003, IDT)

Издание официальное

БЗ 10-2007



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.11:543.51(083.74)(476) МКС **13.060.50** КП 06 IDT

Ключевые слова: вода питьевая, масс-спектрометрия

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 6 «Стандартизация в области метрологии»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 23 октября 2007 г. № 53

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17294-2:2003 Water quality. Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Part 2. Determination of 62 elements (Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение 62 элементов).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты актуализированы.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями системы технического нормирования и стандартизации Республики Беларусь.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Термины и определения 3
4 Сущность метода 3
5 Наложения (интерференции) 3
6 Реактивы 6
7 Оборудование 9
8 Отбор проб 10
9 Подготовка проб 10
10 Метод 11
11 Проведение расчетов 12
12 Точность 12
13 Отчет по испытаниям 12
Приложение А (справочное) Описание проб, использованных для межлабораторного испытания 15
Библиография 16
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту 17

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Качество воды
ПРИМЕНЕНИЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ
Часть 2. Определение 62 элементов

Якасць вады
ПРЫМЯНЕННЕ МАС-СПЕКТРАМЕТРЫІ З ІНДУКТЫЎНА ЗВЯЗАНАЙ ПЛАЗМАЙ
Частка 2. Вызначэнне 62 элементаў

Water quality
Application of inductively coupled plasma mass spectrometry
Part 2. Determination of 62 elements

Дата введения 2008-05-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения в воде (питьевой, поверхностной, грунтовой, сточной и выщелатах (см. 9.2) следующих элементов: алюминия, сурьмы, мышьяка, бария, бериллия, висмута, бора, кадмия, цезия, кальция, церия, хрома, кобальта, меди, диспрозия, эрбия, европия, гадолиния, галлия, германия, золота, гафния, гольмия, индия, иридия, лантана, свинца, лития, лютеция, магния, марганца, молибдена, неодима, никеля, палладия, фосфора, платины, калия, празеодима, рубидия, рения, родия, рутения, самария, скандия, селена, серебра, натрия, стронция, тербия, теллура, тория, таллия, тулия, олова, вольфрама, урана, ванадия, иттрия, иттербия, цинка, циркония.

Данные элементы могут быть определены в пробах воды после вскрытия, во взвесях и осадках (например, в пробах воды после процедуры вскрытия, приведенной в ISO 15587-1 или ISO 15587-2), если будут учтены специфические и дополнительные интерференции.

Рабочий диапазон зависит от матрицы и интерференций. В питьевой воде и слабозагрязненных водах предел обнаружения составляет от 0,1 мкг/л до 1,0 мкг/л для большинства элементов (таблица 1).

Пределы обнаружения большинства элементов определяются содержанием фоновых примесей и зависят от возможностей лабораторных вентиляционных устройств.

Нижний предел обнаружения может быть завышен, если при определении наблюдаются интерференции (раздел 5) или случаи эффектов запоминания (ISO 17294-1, пункт 8.2).

Таблица 1 – Пределы обнаружения в слабозагрязненных водах

Элемент	Наиболее часто используемый изотоп	Предел обнаружения[a], мкг/л	Элемент	Наиболее часто используемый изотоп	Предел обнаружения[a], мкг/л	Элемент	Наиболее часто используемый изотоп	Предел обнаружения[a], мкг/л
Ag	^{107}Ag	1	Ca	^{43}Ca	100		^{65}Cu	2
	^{109}Ag	1		^{44}Ca	50	Dy	^{163}Dy	0,1
Al	^{27}Al	5		^{40}Ca	10	Er	^{166}Er	0,1
As	^{75}As	1	Cd	^{111}Cd	0,1	Eu	^{151}Eu	0,1
Au	^{197}Au	0,5		^{114}Cd	0,5		^{153}Eu	0,1
B	^{10}B	10	Ce	^{140}Ce	0,1	Ga	^{69}Ga	0,3
	^{11}B	10	Co	^{59}Co	0,2		^{71}Ga	0,3
Ba	^{137}Ba	3	Cr	^{52}Cr	1	Gd	^{157}Gd	0,1
	^{138}Ba	0,5		^{53}Cr	5		^{158}Gd	0,1
Be	^{9}Be	0,5	Cs	^{133}Cs	0,1	Ge	^{74}Ge	0,3
Bi	^{209}Bi	0,5	Cu	^{63}Cu	1	Hf	^{178}Hf	0,1

Издание официальное

Окончание таблицы 1

Элемент	Наиболее часто используемый изотоп	Предел обнаружения[a], мкг/л
Ho	^{165}Ho	0,1
In	^{115}In	0,1
Ir	^{193}Ir	0,1
K	^{39}K	50
La	^{139}La	0,1
Li	^{6}Li	10
	^{7}Li	1
Lu	^{175}Lu	0,1
Mg	^{24}Mg	1
	^{25}Mg	10
Mn	^{55}Mn	3
Mo	^{95}Mo	0,5
	^{98}Mo	0,3
Na	^{23}Na	10
Nd	^{146}Nd	0,1
Ni	^{58}Ni	1
	^{60}Ni	3
P	^{60}P	5,0
Pb	^{206}Pb[b]	0,2
	^{207}Pb[b]	0,2
	^{208}Pb[b]	0,1
Pd	^{108}Pd	0,5
Pr	^{141}Pr	0,1
Pt	^{195}Pt	0,5
Rb	^{85}Rb	0,1
Re	^{185}Re	0,1
	^{187}Re	0,1
Rh	^{103}Rh	0,1
Ru	^{101}Ru	0,2
	^{102}Ru	0,1
Sb	^{121}Sb	0,2
	^{123}Sb	0,2
Sc	^{45}Sc	5
Se	^{77}Se	10
	^{78}Se	10
	^{82}Se	10
Sm	^{147}Sm	0,1
Sn	^{118}Sn	1
	^{120}Sn	1
Sr	^{86}Sr	0,5
	^{88}Sr	0,3
Tb	^{159}Tb	0,1
Te	^{126}Te	2
Th	^{232}Th	0,1
Tl	^{203}Tl	0,2
	^{205}Tl	0,1
Tm	^{169}Tm	0,1
U	^{238}U	0,1
V	^{51}V	1
W	^{182}W	0,3
	^{184}W	0,3
Y	^{89}Y	0,1
Yb	^{172}Yb	0,2
	^{174}Yb	0,2
Zn	^{64}Zn	1
	^{66}Zn	2
	^{68}Zn	3
Zr	^{90}Zr	0,2

[a] В зависимости от используемого оборудования значения нижнего предела могут изменяться.

[b] Чтобы избежать ошибок из-за различных изотопных отношений в окружающей среде, необходимо учитывать сигнал от ^{206}Pb, ^{207}Pb и ^{208}Pb.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит датированные и недатированные ссылки на стандарты и положения других документов. Нормативные ссылки, перечисленные ниже, приведены в соответствующих местах в тексте. Для датированных ссылок последующие их изменения или пересмотр применяются в настоящем стандарте только при внесении в него изменений и пересмотре. Для недатированных ссылок применяют их последние издания.

ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

ISO 5667-1:2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ отбора проб и методикам отбора проб

ISO 5667-2:1991 Качество воды. Отбор проб. Часть 2. Руководство по методам отбора проб

ISO 5667-3:2003 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды

ISO 8466-1:1990 Качество воды. Калибрование и оценка аналитических методов и определение эксплуатационных характеристик. Часть 1. Статистический метод оценки линейной калибровочной функции

ISO 15587-1:2002 Качество воды. Гидролитическое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 1. Гидролитическое разложение в царской водке

ISO 15587-2:2002 Качество воды. Гидролитическое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 2. Гидролитическое разложение в азотной кислоте

ISO 17294-1:2004 Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS). Часть 1. Общее руководство

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины и определения, приведенные в ISO 17294-1, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 предел обнаружения (limit of application): Минимальная концентрация анализируемого элемента, которая может быть определена с определенным уровнем точности.

4 Сущность метода

Определение 62 элементов с применением масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) состоит из следующих этапов:

− введение анализируемого раствора в высокочастотную плазму (например, с помощью пневматического распылителя), где под действием энергии плазмы происходит диссоциация, атомизация и ионизация элементов;

− извлечение ионов из плазмы через вакуумированную ионно-оптическую систему и разделение по отношению массы к заряду масс-спектрометром (в случае использования квадрупольного масс-спектрометра);

− прохождение ионов через устройство разделения масс (например, квадруполь), регистрация электронным динодным умножителем и анализ результатов системой обработки данных;

− количественное определение после калибровки с подходящими калибровочными растворами.

Зависимость интенсивности сигнала от массовой концентрации носит линейный характер в диапазоне от одного до пяти порядков величины.

5 Наложения (интерференции)

5.1 Общие положения

В некоторых случаях могут произойти изобарные и многоатомные неизобарные наложения. Значительная часть основных наложений возникает вследствие совпадения масс и влияния физической матрицы пробы. Более подробная информация приведена в ISO 17294-1.

Основные изобарные наложения приведены в таблице 2 (дополнительная информация приведена в ISO 17294-1). В случае обнаружения таких наложений определяют несколько различных изотопов элемента. Все результаты должны быть подобными. Если для данного элемента нет никакого изотопа, который может быть определен без наложений, то необходимо применять математическую корректировку.

Незначительные колебания или изменения интенсивности будут скорректированы при применении внутреннего стандарта. Чтобы избежать влияния спектральных и физических наложений, массовая концентрация растворенного вещества (содержание солей) не должна превышать 2 г/л.

Примечание − При применении метода «холодной плазмы» некоторых наложений удается избежать. Однако необходимо учитывать нестабильность холодной плазмы. Применение реакционной ячейки позволяет преодолеть влияние наложений.

5.2 Спектральные наложения

5.2.1 Общие положения

Подробная информация относительно спектральных наложений приведена в ISO 17294-1 (пункт 6.1).

5.2.2 Наложения от изобарных ионов и многоатомные наложения

Наложения от изобарных ионов возникают из-за присутствия изотопов разных элементов, которые имеют одинаковое отношение массы к заряду и которые не могут быть разделены вследствие недостаточного разрешения используемого масс-спектрометра (например, ^{114}Cd и ^{114}Sn).

Наложения от элементов с одинаковыми массами могут быть исправлены, если учесть влияние интерферирующего элемента (см. таблицу 3). В этом случае изотопы, используемые для корректировки, должны определяться с достаточной точностью и не иметь наложений. Возможные варианты корректировок включаются в программное обеспечение прибора.

Таблица 2 – Основные изобарные наложения

Элемент	Изотоп	Наложения, обусловленные изобарными и двухзарядными ионами	Наложения, обусловленные многоатомными ионами
Ag	^{107}Ag ^{109}Ag	–	ZrO NbO, ZrOH
As	^{75}As	–	ArCl, CaCl
Au	^{197}Au	–	TaO
B	^{11}B	–	BH
Ba	^{138}Ba	La^{+}, Ce^{+}	–
Ca	^{43}Ca	–	CNO
	^{44}Ca	–	COO
Cd	^{111}Cd	–	MoO, MoOH, ZrOH
	^{114}Cd	Sn^{+}	MoO, MoOH
Co	^{59}Co	–	CaO, CaOH, MgCl
Cr	^{52}Cr	–	ArO, ArC, ClOH
	^{53}Cr	Fe^{+}	ClO, ArOH,
Cu	^{63}Cu	–	ArNa, POO, MgCl
	^{65}Cu	–	SOOH
Eu	^{151}Eu	–	BaO
	^{153}Eu	–	BaO
Ga	^{69}Ga	Ba^{++}	CrO, ArP, ClOO
Ge	^{74}Ge	Se^{+}	ArS, ClCl
In	^{115}In	Sn^{+}	–
Ir	^{193}Ir	–	HfO
Mg	^{24}Mg	–	CC
	^{25}Mg	–	CC
Mn	^{55}Mn	–	NaS, ArOH, ArNH
Mo	^{98}Mo	Ru^{+}	–
Ni	^{58}Ni	Fe^{+}	CaO, CaN, NaCl, MgS
	^{60}Ni	–	CaO, CaOH, MgCl, NaCl
Pd	^{108}Pd	Cd^{+}	MoO, ZrO
Pt	^{195}Pt	–	HfO
Re	^{187}Re	Os^{+}	–
Ru	^{102}Ru	Pd^{+}	–
Sb	^{123}Sb	Te^{+}	–
Sc	^{45}Sc	–	COO, COOH
Se	^{77}Se	–	CaCl, ArCl, ArArH
	^{78}Se	Kr^{+}	ArAr, CaCl
	^{82}Se	Kr^{+}	–
Sn	^{120}Sn	Te^{+}	–
V	^{51}V	–	ClO, SOH, ClN, ArNH
W	^{184}W	Os^{+}	–

Окончание таблицы 2

Элемент	Изотоп	Наложения, обусловленные изобарными и двухзарядными ионами	Наложения, обусловленные многоатомными ионами
Zn	^{64}Zn	Ni^{+}	AlCl, SS, SOO, CaO
	^{66}Zn	Ba^{++}	PCl, SS, FeC, SOO
	^{68}Zn	Ba^{++}, Ce^{++}	FeN, PCl, ArS, FeC, SS, ArNN, SOO
Примечание – В присутствии элементов с высокими массовыми концентрациями наложения могут быть вызваны многоатомными ионами или двухзарядными ионами, которые не упомянуты выше.			

Таблица 3 – Примеры изотопов с относительными атомными массами и корректирующими (интерференционными) уравнениями

Элемент	Рекомендуемый изотоп и корректирующее уравнение	
As	^{75}As	$- 3{,}127\ (^{77}Se - 0{,}815\ ^{82}Se)$
	^{75}As	$- 3{,}127\ (^{77}Se + 0{,}322\ 0\ ^{78}Se)$
Ba	^{138}Ba	$- 0{,}000\ 900\ 8\ ^{139}La - 0{,}002\ 825\ ^{140}Ce$
Cd	^{114}Cd	$- 0{,}026\ 84\ ^{118}Sn$
Ge	^{74}Ge	$- 0{,}138\ 5\ ^{82}Se$
In	^{115}In	$- 0{,}014\ 86\ ^{118}Sn$
Mo	^{98}Mo	$- 0{,}110\ 6\ ^{101}Ru$
Ni	^{58}Ni	$- 0{,}048\ 25\ ^{54}Fe$
Pb	^{208}Pb	$+ ^{207}Pb + ^{206}Pb$
Se	^{82}Se	$- 1{,}009\ ^{83}Kr$
Sn	^{120}Sn	$- 0{,}013\ 44\ ^{125}Te$
V	^{51}V	$- 3{,}127(^{53}Cr - 0{,}113\ 4\ ^{52}Cr)$
W	^{184}W	$- 0{,}001\ 242\ ^{189}Os$

5.2.3 Изобарные наложения многоатомных ионов

Многоатомные ионы образуются при взаимодействии в плазме компонентов газа, реактивов и матрицы пробы (например, для относительной массы ^{75}As наложения от $^{40}Ar^{35}Cl$ и $^{40}Ca^{35}Cl$). Примеры корректирующих (интерференционных) уравнений приведены в таблице 3, информация о величине наложений приведена в таблице 4. Эти наложения специфичны для нескольких элементов (например, As, Cr, Se, V).

Необходимо регулярно проверять величину этого наложения для специфического оборудования.

В случае математических корректировок необходимо принимать во внимание, что величина наложения зависит от регулировки плазмы (например, доля оксидов) и от массовой концентрации интерферирующего элемента, содержание которого в растворе пробы не постоянно.

5.3 Неспектральные наложения

Подробная информация о неспектральных наложениях приведена в ISO 17294-1 (пункт 6.2).

Таблица 4 – Основные наложения в растворах Na, K, Ca, Mg, Cl, S, P (ρ = 100 мг/л) и Ba (ρ = 1000 мкг/л)

Элемент	Изотоп	Моделируемая массовая концентрация[a], мкг/л	Тип наложения
As	^{75}As	1,0	ArCl
Co	^{59}Co	0,2 – 0,8	CaO, CaOH
Cr	^{52}Cr	1,0 1,0	ClOH ArC
	^{53}Cr	5,0	ClO
Cu	^{63}Cu	1,0 – 3,0 1,0 – 1,6	ArNa POO
	^{65}Cu	2,0 2,0 2,0	ArMg POO SOOH
Ga	^{69}Ga	1,0 – 25 0,3 1,0	Ba^{++} ArP ClOO
	^{71}Ga	0,2 – 0,6	ArP
Ge	^{74}Ge	0,3 0,3	ClCl ArS
Mn	^{55}Mn	3,0 3,0 3,0	KO NaS NaS
Ni	^{58}Ni	2,5	CaO, CaN
	^{60}Ni	3 – 12	CaO, CaOH
Se	^{77}Se	10	ArCl
V	^{51}V	1 – 5 1,0	ClO, ClN SOH
Zn	^{64}Zn	7 3 8 1	ArMg CaO SS, SOO POOH
	^{66}Zn	2,0 5 4 2	$ArMgBa^{++}$ SS, SOO PCl Ba^{++}
	^{68}Zn	50 4	ArS, SS, SOO Ba^{++}

[a] До установленных концентраций наложения не наблюдались, но пользователь должен проверить это.

6 Реактивы

Для определения элементов на уровне следов и ультранизких концентраций реактивы должны иметь соответствующую чистоту. Концентрация анализируемого элемента и примесей в реактивах и воде должна быть незначительной по сравнению с самой низкой концентрацией, которая будет определена.

Для консервации и вскрытия проб должна использоваться азотная кислота, что позволяет минимизировать многоатомные наложения.

6.1 Вода – для всех этапов подготовки и разведения проб используют воду 1 класса (ISO 3696:1987).

6.2 Азотная кислота, ρ (HNO_3) = 1,4 г/мл.

Примечание – Азотная кислота имеет плотность ρ (HNO_3) = 1,40 г/мл [*w* (HNO_3) = 650 г/кг] и ρ (HNO_3) = 1,42 г/мл [*w* (HNO_3) = 690 г/кг]. Обе подходят для использования в этом методе, если содержание анализируемых элементов минимально.

6.3 Соляная кислота, ρ (HCl) = 1,16 г/мл.

6.4 Соляная кислота, *c* (HCl) = 0,2 моль/л.

6.5 Серная кислота, ρ (H_2SO_4) = 1,84 г/мл.

6.6 Перекись водорода, *w* (H_2O_2) = 30 %.

Примечание – Перекись водорода часто стабилизируется фосфорной кислотой.

6.7 Растворы элементов, ρ = 1000 мг/л каждого из элементов: Ag, Al, As, Au, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Ge, Hf, Ho, In, Ir, K, La, Li , Lu, Mg, Mn, Mo, Na, Nd, Ni, P, Pb, Pd, Pr, Pt, Rb, Re, Rh, Ru, Sb, Sc, Se, Sm, Sn, Sr, Tb, Te, Th, Tl, Tm, U, V, W, Y, Yb, Zn, Zr.

Растворы, содержащие один элемент, или многоэлементные растворы с соответствующей спецификацией, с описанием использованной кислоты и метода приготовления коммерчески доступны. Могут использоваться растворы с различными концентрациями анализируемых элементов (например, 1000 мг/л).

Эти растворы должны быть стабильными в течение одного года или дольше. Для сохранения стабильности необходимо учитывать рекомендации изготовителя.

6.8 Растворы анионов, ρ = 1000 мг/л каждого из анионов Cl^-, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}.

Готовят растворы из соответствующих кислот. Допускается применять готовые растворы. Могут быть использованы растворы с различными концентрациями анализируемых компонентов (например, 100 мг/л).

Эти растворы должны быть стабильными в течение одного года или дольше. Для сохранения стабильности необходимо учитывать рекомендации изготовителя.

6.9 Многоэлементные стандартные растворы

В зависимости от решаемых задач могут быть востребованы различные многоэлементные стандартные растворы. При составлении многоэлементного стандартного раствора необходимо учитывать химическую совместимость элементов и возможный гидролиз компонентов. Кроме того, необходимо предотвратить возможность протекания химических реакций (например, осаждения).

Примеры, приведенные ниже, демонстрируют различную чувствительность разных масс-спектрометров.

Многоэлементные стандартные растворы устойчивы в течение нескольких месяцев если хранятся в темноте.

Это не относится к многоэлементным стандартным растворам, содержащим элементы, склонные к гидролизу, в частности растворы Bi, Mb, Mo, Sn, Sb, Te, W, Hf, Zr.

Для сохранения гарантированной стабильности всех стандартных растворов учитывайте рекомендации изготовителя.

6.9.1 Многоэлементный стандартный раствор А, приготовление:

– ρ (As, Se) = 20 мг/л;

– ρ (Ag, Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, La, Li, Mg, Mn, Ni, Pb, Rb, Sr, Th, Tl, U, V, Zn) = = 10 мг/л.

Отбирают пипеткой 20 мл раствора элементов (As, Se) (см. 6.7) и 10 мл раствора элементов (Ag, Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, La, Li, Mg, Mn, Ni, Pb, Rb, Sr, Th, Tl, U, V, Zn) (см. 6.7) и переносят в мерную колбу объемом 1000 мл.

Добавляют 10 мл азотной кислоты (см. 6.2).

Доводят объем до метки водой (см. 6.1) и переносят в емкость для хранения.

Многоэлементные стандартные растворы, содержащие большое количество элементов, используют после проверки их устойчивости и при условии отсутствия каких-либо химических реакций. При необходимости проводят повторную проверку спустя несколько дней после первого использования (иногда после подготовки может произойти осаждение).

6.9.2 Многоэлементный стандартный раствор В, приготовление:

– ρ (Au, Mo, Sb, Sn, W,Zr) = 5 мг/л.

Отбирают пипеткой 2,5 мл раствора элементов (Au, Mo, Sb, Sn, W, Zr) (см. 6.7) в мерную колбу на 500 мл.

Добавляют 40 мл соляной кислоты (см. 6.3).

Доводят объем до метки водой (см. 6.1) и переносят в емкость для хранения.

6.9.3 Раствор внутреннего стандарта

Выбор внутреннего стандарта зависит от решаемой задачи. Элементы, содержащиеся в этом растворе, должны перекрывать весь диапазон масс. Концентрации этих элементов в пробе должны

быть чрезвычайно низкими. Элементы, которые могут быть использованы в качестве внутреннего стандарта, следующие: In, Lu, Re, Rh, Y.

Например, можно использовать раствор внутреннего стандарта:

– ρ (Y, Re) = 5 мг/л.

Отбирают пипеткой 5 мл каждого раствора элементов (Y, Pe) (см. 6.7) в мерную колбу на 1000 мл.

Добавляют 10 мл азотной кислоты (см. 6.2).

Доводят объем до метки водой (см. 6.1) и переносят в емкость для хранения.

6.10 Многоэлементные калибровочные растворы

Выбирают массовые концентрации калибровочных растворов с учетом необходимой точности, воспроизводимости и гарантированного перекрытия всего рабочего диапазона.

Необходимо регулярно проверять стабильность калибровочных растворов. Вследствие низких массовых концентраций растворы хранят не более месяца или менее, если элементы раствора склонны к гидролизу. В отдельных случаях необходимо готовить растворы ежедневно. Пользователь должен определить максимальный срок хранения калибровочных растворов, в течение которого сохраняется их стабильность.

Переносят калибровочные растворы А (см. 6.9.1) и В (см. 6.9.2) в подходящие емкости для хранения.

Если определение будет выполнено после вскрытия матрицы пробы (см. 9.2), многоэлементный калибровочный раствор(ы) А (см. 6.9.1) и В (см. 6.9.2) должен содержать реактивы, использовавшиеся при вскрытии.

Рабочий диапазон обычно находится в интервале от 0,1 мкг/л до 50 мкг/л.

6.10.1 Многоэлементный калибровочный раствор(ы) А

Готовят калибровочный раствор(ы), который перекрывает необходимый рабочий диапазон, разбавляя многоэлементный стандартный раствор А (см. 6.9.1). Добавляют азотную кислоту (см. 6.2) из расчета 10 мл азотной кислоты на литр и разбавляют до необходимого объема водой (см. 6.1). В случае необходимости добавляют внутренний стандарт (см. 6.9.3), например концентрацией 50 мкг/л, до разбавления до необходимого объема.

6.10.2 Многоэлементный калибровочный раствор(ы) В

Готовят калибровочный раствор(ы) В, который перекрывает необходимый рабочий диапазон, разбавляя многоэлементный стандартный раствор В (см. 6.9.2). Добавляют соляную кислоту (см. 6.3) из расчета 5 мл соляной кислоты на литр и разбавляют до необходимого объема водой (см. 6.1). В случае необходимости добавляют внутренний стандарт (см. 6.9.3), например концентрацией 50 мкг/л, до разбавления до необходимого объема.

6.11 Фоновые калибровочные растворы

К чистоте предъявляются высокие требования. Пользователь должен гарантировать, что уровни содержания анализируемых элементов в фоне не существенны и не повлияют на результаты анализа.

6.11.1 Фоновый калибровочный раствор А

Переносят пипеткой 0,5 мл азотной кислоты (см. 6.2) в мерную колбу на 100 мл, изготовленную из алкоксилированного тефлона или полипропилена, и доводят до метки водой (6.1). В случае необходимости добавляют внутренний стандарт (см. 6.9.3), например концентрацией 50 мкг/л, перед доведением до необходимого объема.

Если определение будет выполнено после вскрытия (см. 9.2) матрицы пробы, то фоновый калибровочный раствор А должен содержать реактивы, использовавшиеся при вскрытии.

6.11.2 Фоновый калибровочный раствор В

Переносят пипеткой 1,0 мл соляной кислоты (см. 6.3) в мерную колбу на 100 мл, изготовленную из алкоксилированного тефлона или полипропилена, и доводят до метки водой (см. 6.1). В случае необходимости добавляют внутренний стандарт (см. 6.9.3), например концентрацией 50 мкг/л, перед доведением до необходимого объема.

Если определение будет выполнено после вскрытия (см. 9.2) матрицы пробы, то фоновый калибровочный раствор А должен содержать реактивы, использовавшиеся при вскрытии.

6.12 Настроечный раствор

Настроечный раствор используют для калибровки шкалы и оптимизации настроек оборудования, например, при настройке максимальной чувствительности и минимального содержания оксидов и двухзарядных ионов.

Такой раствор должен содержать элементы, перекрывающие весь диапазон масс, а также элементы, склонные к образованию оксидов и двухзарядных ионов. Наиболее подходящим для использования в качестве настроечного раствора является раствор, содержащий Mg, Cu, Rh, In, Ba, La, Ce, U, Pb. Реже используют Li, Be, Bi из-за возможности проявления эффекта памяти.

Массовые концентрации элементов, используемых в настроечном растворе, выбирают таким образом, чтобы обеспечить скорость счета более 10000 отсчетов/с. Дополнительная информация приведена в ISO 17294-1.

6.13 Матричный раствор

Матричные растворы используют при расчетах корректировочных уравнений. К чистоте основных реактивов предъявляются высокие требования из-за их высоких концентраций. Пользователь должен гарантировать, что содержание анализируемых элементов в матричном растворе не существенно и не повлияет на результаты анализа. Состав раствора может быть следующим:

- ρ (Ca) = 200 мг/л;
- ρ (Cl^-) = 300 мг/л;
- ρ (PO_4^{3-}) = 25 мг/л;
- ρ (SO_4^{2-}) = 100 мг/л.

Переносят пипеткой 200 мл раствора (Ca) (см. 6.7), 300 мл раствора аниона (Cl^-) (см. 6.8), 25 мл раствора аниона (PO_4^{3-}) (см. 6.8) и 100 мл раствора аниона (SO_4^{2-}) (см. 6.8) в мерную колбу на 1000 мл.

Добавляют 10 мл азотной кислоты (см. 6.2).

Доводят объем до метки водой (см. 6.1) и переносят в емкости для хранения.

7 Оборудование

Стабильность проб, анализируемых и калибровочных растворов, существенно зависит от материала используемой посуды. Материал выбирают в соответствии с поставленной задачей. Для определения сверхнизких концентраций элементов не следует использовать стеклянную посуду и посуду из поливинилхлорида. Рекомендуется использовать посуду из алкоксилированного тефлона, полипропилена или кварцевую посуду, прошедшую очистку горячей концентрированной азотной кислотой. Для определения элементов более высоких концентраций может использоваться посуда из полипропилена или фторопласта.

Непосредственно перед использованием всю стеклянную посуду промывают теплым раствором азотной кислоты [например, w (HNO_3) = 10 %], затем несколько раз промывают водой (см. 6.1).

В основном используют пипеточные дозаторы, в том числе для приготовления небольших объемов калибровочных растворов. Допускается применение разбавителей. Каждая партия наконечников для пипеток и используемых пластиковых емкостей должна быть проверена на содержание примеси.

Дополнительная информация об оборудовании приведена в ISO 17294-1 (раздел 5).

7.1 Масс-спектрометр

Используют масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой, позволяющий проводить многоэлементный и изотопный анализ. Спектрометр должен иметь диапазон сканирования масс от 5 m/z (а.е.м.) до 240 m/z (а.е.м.), разрешение не хуже 1 m_r/z на 5 % высоты пика (m_r – относительная масса атома; z – заряд). Масс-спектрометр должен иметь широкий динамический диапазон системы детектирования.

7.2 Регулятор давления газа

Регулятор давления газа контролирует скорость подачи газа в распылитель. Необходимы также регуляторы давления плазмообразующего и вспомогательного газа. Охлаждение распылительной камеры способствует уменьшению некоторых наложений (например, за счет многоатомных оксидов).

Примечание – Плазма очень чувствительна к изменениям скорости подачи газа.

7.3 Распылительная камера с перистальтическим насосом. Более подробная информация о типах распылителей приведена в ISO 17294-1 (пункт 5.1.2).

7.4 Аргон, газ высокой чистоты, > 99,99 %.

7.5 Посуда:

- мерные колбы объемом 50 мл, 100 мл, 500 мл и 1000 мл;
- конические колбы (Эрленмеера), 100 мл;
- пипетки объемом 1 мл, 2,5 мл, 10 мл, 20 мл и 25 мл.

7.6 Емкости для хранения растворов элементов, стандартных и калибровочных растворов, а также растворов проб.

При определении элементов в обычном диапазоне концентраций для хранения используют емкости из полиэтилена или фторопласта. При определении элементов сверхнизких концентраций для их хранения предпочтительно использовать емкости из алкоксилированного тефлона, полипропилена. В любом случае пользователь должен проверить пригодность выбранных емкостей.

8 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ISO 5667-1, ISO 5667-2, и ISO 5667-3. Из-за чрезвычайно высоких требований к чистоте при анализе следовых и ультраследовых концентраций следует избегать любых загрязнений.

Концентрации элементов могут достаточно быстро изменяться вследствие адсорбционных или десорбционных эффектов. Это особенно важно для растворов Ag, As, B, Se,Sn. Выбор емкостей для хранения зависит от концентрации определяемых элементов.

При определении растворенных элементов пробу фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Каждая партия мембранных фильтров должна быть проверена на содержание примесей. Небольшой аликвотой пробы сначала ополаскивают фильтр, затем фильтруют пробу и собирают необходимый объем фильтрата.

Добавляют 0,5 мл азотной кислоты (см. 6.2) в 100 мл пробы. Проверяют значение pH, оно должно быть не выше 2; в противном случае добавляют необходимое количество азотной кислоты.

В случае определения элементов, имеющих склонность к гидролизу, например Sb, Sn,W, Zr, дополнительно добавляют в пробы 1,0 мл соляной кислоты (см. 6.3) на 100 мл раствора. Проверяют значение pH, оно не должно превышать 1; в противном случае добавляют необходимое количество соляной кислоты.

9 Подготовка проб

9.1 Определение массовой концентрации растворенных элементов без вскрытия проб

Используя фильтрат, полученный согласно разделу 8, проводят измерения, предусмотренные в разделе 10. Если экспериментально установлено, что в пробе присутствует незначительное количество частиц, фильтрацию пробы можно не проводить. Пробы должны быть бесцветными, мутность не должна превышать 1,5 НЕМ (нефелометрическая единица мутности, см. ISO 7027).

9.2 Определение общей массовой концентрации после вскрытия пробы

Массовая концентрация, определяемая в настоящем пункте, не всегда соответствует общей массовой концентрации элемента в пробе. Проанализирована будет только та часть, которая извлекается из пробы в процессе его вскрытия.

Рекомендуется проводить вскрытие проб азотной кислотой в соответствии с ISO 15587-2. Если необходимо, то применяют вскрытие пробы царской водкой. Процедура проводится в соответствии с ISO 15587-1, при этом необходимо учитывать возможные наложения за счет присутствия высокого содержания хлоридов.

Некоторые элементы и их соединения (например, силикаты и окиси алюминия) при использовании данной процедуры вскрытия не будут растворены полностью.

Для определения олова используют следующую процедуру вскрытия:

a) добавляют 0,5 мл серной кислоты (см. 6.5) и 0,5 мл перекиси водорода (см. 6.6) к 50 мл гомогенизированной водной пробе;

b) выпаривают смесь до прекращения отделения паров SO_3;

c) если проба разложилась не полностью, то после охлаждения пробы добавляют немного воды (см. 6.1), перекиси водорода (см. 6.6) и еще раз повторяют обработку;

d) растворяют полученный осадок в растворе соляной кислоты (см. 6.4) и доводят объем до 50 мл водой;

e) готовят фоновую пробу той же пробой.

При определении Sb, W, Zr должны применяться специальные методы вскрытия.

Если экспериментально установлено, что определяемые элементы извлекаются количественно без разложения, вскрытие пробы можно не проводить.

10 Метод

10.1 Основные положения

В методах ИСП-МС зависимость интенсивности сигнала от концентрации носит линейный характер в широком диапазоне нескольких порядков величины. Поэтому для количественных определений используют линейные калибровочные кривые. При однообразных измерениях контроль линейности калибровочных кривых проводят периодически. Эти процедуры выполняют в соответствии с ISO 8466-1.

Готовят масс-спектрометр в соответствии с руководством пользователя.

Проводят измерения на масс-спектрометре через 30 мин после перевода его в рабочее состояние.

Перед каждой серией измерений необходимо проверять чувствительность и стабильность системы, используя настроечный раствор (см. 6.12). Проводят проверку разрешения и калибровку шкалы в соответствии с рекомендациями изготовителя.

Проводят с помощью настроечного раствора (см. 6.12) проверку чувствительности и минимизацию наложений (за счет оксидных форм, двухзарядных ионов).

Указывают анализируемые относительные атомные массы и соответствующие корректирующие уравнения согласно таблице 3.

Указывают время промывки в зависимости от скорости подачи раствора; если при проведении измерений наблюдаются значительные расхождения получаемых массовых концентраций, устанавливают более длительное время промывки.

Рекомендуется использовать внутренний стандарт. Добавляют внутренний стандарт (см. 6.9.3) к матричному раствору (см. 6.13), ко всем многоэлементным растворам (см. 6.10), к фоновым калибровочным растворам (см. 6.11) и ко всем измеряемым растворам. Концентрация внутреннего стандарта должна быть одинаковой во всех растворах. Оптимальной является концентрация ρ (Y, Re) = 50 мкг/л.

Примечание – ИСП-МС имеет широкие возможности для определения элементов. Чувствительность определения зависит от множества параметров (скорость потока распылителя, мощность высокочастотного сигнала, напряжение на линзах и т. д.). Оптимальные параметры настройки инструмента не могут быть достигнуты для всех элементов одновременно.

10.2 Калибровка масс-спектрометра

При первой оценке аналитической системы и периодически в дальнейшем необходимо построить калибровочную кривую для каждого определяемого элемента, используя по крайней мере пять контрольных точек (например, фоновый калибровочный раствор и четыре калибровочных раствора).

При дальнейшей работе в течение дня достаточно использовать для калибровки фоновый калибровочный раствор и один-два калибровочных раствора, но при этом проверять правильность калибровочной кривой с помощью сертифицированных стандартных проб или подходящей внутренней контрольной пробы (ISO 17294-1, пункт 9.1).

Обычно поступают следующим образом:

Готовят и измеряют фоновый калибровочный раствор (см. 6.11) и многоэлементные калибровочные растворы (см. 6.10). Согласно инструкции изготовителя получают калибровочный график. Значение каждой контрольной точки является средним по крайней мере двух повторных определений.

Необходимо принимать во внимание возможные несоответствия изотопного состава калибровочных и измеряемых растворов (например, Li, Pb, U).

10.3 Измерение матричного раствора для оценки корректировочных коэффициентов

Для оценки и обновления корректировочных коэффициентов проводят измерения матричных растворов (см. 6.13) через равные промежутки времени в течение измерительного цикла.

10.4 Измерение пробы

После получения калибровочных кривых измеряют фоновые и анализируемые пробы.

Периодически (например, после каждых десяти проб) проверяют точность с помощью одной сертифицированной стандартной пробы или внутренней контрольной пробы. В случае необходимости проводят повторную калибровку.

Некоторые элементы (например, Ag, B, Be, Li, Th) очень медленно вымываются из системы подачи пробы. Необходимо проверить наличие эффекта запоминания после измерения высоких концентраций таких элементов, измеряя фоновый калибровочный раствор (см. 6.11).

11 Проведение расчетов

Массовые концентрации каждого элемента определяют с помощью программного обеспечения. Выполняют следующие шаги для каждого элемента:

a) пересчитывают скорости счета с учетом соответствующих уравнений (см. таблицу 3);

b) вносят поправку скорости счета фоновых, калибровочных и измеряемых растворов и соотносят со скоростью счета внутреннего стандарта. Определяют наклон кривой и точку пересечения с ординатой;

c) определяют массовые концентрации проб, используя скорости счета и калибровочный график;

d) пересчитывают результаты, принимая во внимание массовые концентрации фоновых калибровочных растворов, и включают в расчеты все этапы разбавления растворов. Если проба подвергалась вскрытию (см. 9.2), то используют для корректировки соответствующий фоновый раствор.

Согласно требованиям к контролю качества аналитических работ использующееся программное обеспечение при определении массовых концентраций должно быть проверено и зарегистрировано. В любом случае будет понятно, какие поправки были внесены с помощью программного обеспечения.

Окончательный результат должен иметь столько значащих цифр, сколько допускает точность измерения.

Например: медь (Cu) 0,142 мг/л;
кадмий (Cd) 0,50 мкг/л.

12 Точность

Результаты межлабораторного сличения, проведенного в Германии в 1997, приведены в таблицах 5 – 7. Описание пробы приведено в приложении А.

13 Отчет по испытаниям

Отчет должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полную идентификацию пробы;

c) выражение результатов в соответствии с разделом 12;

d) описание обработки пробы, если таковая проводилась;

e) любые несоответствия данному методу, любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

Таблица 5 – Точность измерений – матрица «поверхностная вода»[a, b]

Элемент	*l*	*n*	*o*, %	$\overline{X}$, мкг/л	σ_R, мкг/л	Воспроизводимость CV, %	σ_r, мкг/л	Повторяемость CV, %
As	37	145	3,3	6,90	0,954	13,8	0,432	6,3
Ba	38	149	5,7	41,1	2,53	6,1	1,04	2,5
Cd	37	147	5,2	5,75	0,491	8,5	0,234	4,1
Co	38	151	2,6	2,33	0,269	11,6	0,140	6,0
Cr	38	151	0,0	3,39	0,634	18,7	0,294	8,7
Cu	38	151	2,6	26,7	2,02	7,6	0,93	3,5

Окончание таблицы 5

Элемент	*l*	*n*	*o*, %	$\overline{X}$, мкг/л	σ_R, мкг/л	Воспроизводимость CV, %	σ_r, мкг/л	Повторяемость CV, %
Mn	39	155	2,5	205,0	13,2	6,4	5,9	2,9
Mo	38	150	2,6	4,45	0,402	9,0	0,187	4,2
Ni	35	137	11,0	5,44	0,786	14,5	0,397	7,3
Pb	39	155	2,5	13,6	1,13	8,3	0,64	4,7
Sn	34	132	3,6	1,19	0,241	20,3	0,157	13,2
Sr	40	158	0,0	117,0	8,1	6,9	3,4	3,0
Tl	31	124	8,1	0,272	0,046 0	16,9	0,029 2	10,7
V	33	129	8,5	1,15	0,311	27,0	0,121	10,5
Zn	36	143	7,7	27,6	2,56	9,3	1,43	5,2

l – число лабораторий;
n – число измерений;
o – процент выбросов;
$\overline{X}$ – общее среднее значение;
σ_R – стандартное отклонение воспроизводимости;
CV – коэффициент вариации;
σ_r – стандартное отклонение повторяемости.

[a] Сурьма (общее среднее 0,33 мкг/л) и цирконий (общее среднее 0,98 мкг/л) были измерены в матрице поверхностной воды. В обоих случаях удовлетворительная воспроизводимость не была достигнута.
[b] Все приведенные результаты относятся к определению концентрации растворенных элементов (см. 9.1).

Таблица 6 – Точность измерений – матрица, подвергавшаяся вскрытию царской водкой (см. ISO 15587-1)

Элемент	*l*	*n*	*o*, %	$\overline{X}$, мкг/л	σ_R, мкг/л	Воспроизводимость CV, %	σ_r, мкг/л	Повторяемость CV, %
As	37	145	3,3	20,1	4,36	21,7	1,44	7,2
Ba	37	147	7,0	437,0	19,6	4,5	11,7	2,7
Cd	37	141	5,4	2,11	0,542	25,7	0,227	10,8
Co	39	154	2,5	145,0	8,4	5,8	5,7	3,9
Cr	38	151	5,0	363,0	24,1	6,6	12,3	3,4
Cu	38	150	5,1	3334,0	239,6	7,2	117,0	3,5
Mn	39	155	2,5	1029,0	73,2	7,1	36,4	3,5
Mo	39	154	2,5	15,2	1,14	7,5	0,57	3,7
Ni	37	146	8,2	184,0	17,4	9,4	7,2	3,9
Pb	37	146	7,6	793,0	49,0	6,2	27,9	3,5
Sb	36	143	7,7	170,0	12,5	7,4	5,5	3,2
Sn	38	150	2,6	415,0	37,4	9,0	16,3	3,9
Sr	40	155	1,3	89,9	6,21	6,9	3,37	3,8
Tl	29	112	8,9	0,276	0,0765	27,7	0,0494	17,9
V	36	140	5,4	44,0	8,87	20,2	2,06	4,7
Zn	38	150	2,6	711,0	58,1	8,2	32,9	4,6
Zr	31	117	7,1	2,87	0,752	26,2	0,403	14,0

Расшифровка символов – см. таблицу 5.

Таблица 7 – Точность измерений – матрица «синтетический стандарт»

Элемент	*l*	*n*	*o*, %	μ, мкг/л	$\overline{X}$, мкг/л	Степень извлечения (Recovery), %	σ_R, мкг/л	Воспроизводимость CV, %	σ_r, мкг/л	Повторяемость CV, %
As	37	146	5,2	192,0	186,0	97,1	14,8	7,9	6,4	3,4
Ba	37	147	7,5	8,0	7,90	98,8	0,580	7,3	0,319	4,0
Cd	34	135	12,9	2,0	1,98	99,1	0,190	9,6	0,135	6,8
Co	40	159	0,0	42,0	41,5	98,8	3,02	7,3	1,55	3,7
Cr	36	142	7,8	9,0	9,35	103,9	1,986	21,2	0,721	7,7
Cu	39	155	0,0	48,0	48,2	100,3	3,83	8,0	1,64	3,4
Mn	39	155	2,5	97,0	95,3	98,2	6,52	6,8	3,05	3,2
Mo	37	146	8,2	7,0	6,85	97,8	0,474	6,9	0,256	3,7
Ni	40	157	1,3	93,0	91,2	98,0	8,55	9,4	3,91	4,3
Pb	36	142	8,4	6,0	6,43	107,2	0,491	7,6	0,287	4,5
Sb	39	154	0,0	114,0	114,0	99,9	11,1	9,8	4,0	3,5
Sn	38	149	3,2	120,0	117,0	97,9	8,4	7,1	4,2	3,5
Sr	40	157	1,3	24,0	23,3	97,1	1,66	7,1	1,07	4,6
Tl	31	121	14,8	0,9	0,892	99,1	0,0597	6,7	0,0419	4,7
V	35	138	12,7	245,0	240,0	97,9	26,9	11,2	11,3	4,7
Zn	39	155	0,0	183,0	188,0	102,5	17,2	9,2	7,1	3,8
Zr	31	119	7,8	4,0	4,47	111,8	0,967	21,6	0,334	7,5

μ – приписанное значение величины.
Расшифровка символов – см. таблицу 5.

Приложение А
(справочное)

Описание проб, использованных для межлабораторного испытания

А.1 Поверхностная вода

Проба поверхностной воды для межлабораторного испытания (см. таблицу 5) была взята из небольшого ручья «Майце», который расположен на территории Германии, в Гарце (Нижняя Саксония). Проба была гомогенизирована и отфильтрована через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм. В пробу добавлен 1 % (по объему) концентрированной азотной кислоты. Количественно были определены следующие матричные элементы (см. таблицу А.1):

Таблица А.1 – Матрица – поверхностная вода, использованная для межлабораторного испытания

Параметры и ионы	Единицы измерений	Результаты
Значение pH		6,2
Электрическая проводимость (25 °C)	мкСм/см	310
Кальций (Ca^{2+})	мг/л	30,0
Магний (Mg^{2+})	мг/л	4,6
Натрий (Na^{+})	мг/л	41,0
Калий (K^{+})	мг/л	5,6
Железо (Fe^{2+})	мг/л	1,7
Хлорид (Cl^{-})	мг/л	25,0
Сульфат (SO_4^{2-})	мг/л	28,0
Нитрат (NO_3^{-})	мг/л	10,5
Гидрокарбонат (HCO_3^{-})	мг/л	141

Были использованы в соответствующих моноэлементных растворах (см. 6.7) следующие элементы:
- мышьяк;
- бериллий;
- висмут;
- кадмий;
- цезий;
- хром;
- галлий;
- селен;
- таллий;
- уран.

А.2 Матрица «синтетический стандарт»

Матрица «синтетический стандарт» для межлабораторного испытания (таблица 7) была приготовлена разбавлением соответствующих моноэлементных растворов (см. 6.7). В раствор добавили соляную кислоту (см. 6.3) из расчета 10 мл соляной кислоты на литр раствора, затем разбавили водой (см. 6.1) до необходимого объема.

Библиография

[1] De Bievre, P. and Barnes, I.L. International Journal of Mass Spectrometry and Ion Processes, 65 (1985), pp. 211 – 230
(Де Бивре П. и Барнес И.Л. «Международный журнал масс-спектрометрии и ионных процессов», 65, 1985, стр. 211 – 230)

[2] Adams, F., Gijbels, R. and Grieken, Van R. Chemical Analysis, 95. A Series of Monographs on Analytical Chemistry and its Applications, Inorganic Mass Spectrometry. John Wiley and Sons, New York (1988)
(Адамс Ф., Гидгибельс Р. и Грикен Ван Р. «Химический анализ», сборник № 95. Серия статей по аналитической химии и ее применению, неорганической масс-спектрометрии. Джон Вили и Санс, Нью-Йорк (1988)

[3] Gray, A.L. Application of Plasma Source Mass Spectrometry II edited by Grenville-Holland. G, and Eaton. A.N., The Royal Society of Chemistry (RSC) (1993) ISBN 0-85186-465-1
(Грей А.Л. Применение масс-спектрометрии с плазменными источниками II". Гренвиль-Холланд Г. и Итон А.Н. Королевское общество химии (1993), ISBN 0-85186-465-1)

[4] Date, A.R. and Gray, A.L. (Editors) Applications of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. Blackie & Son Ltd., London (1989)
(Дойт А.Р. и Грей А.Л. «Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой», «Блэки и Сан Лимитед», Лондон (1989)

[5] Jarvis, K.E., Gray, A.L. and Houk, R.S. Handbook of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, Blackie, Glasgow and London, (1992) ISBN 0-216-92912-1
(Джарвис К.Е., Грей А.Л. и Хоук Р.С. «Руководство по масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» Блэки, Глазго и Лондон, (1992) ISBN 0-216-92912-1)

[6] Montaser A. (Editor) Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, Wiley VCH New York (1998)
(Монтасер А. «Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой», Вили VCH, Нью-Йорк (1998)

[7] Thompson, M. and Walsh, J.N. Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry, 2nd edition. Blackie & Son Ltd., London (1989)
(Томпсон М. и Валш Дж.Н. «Руководство по спектрометрии с индуктивно связанной плазмой», 2-е издание, Блэки и сан Лимитед, Лондон (1989)

[8] Broekaert, J.A.C. Analytiker-Taschenbuch 9 (1990), Günzler, H. and others (Editors), Springer Verlag, Heidelberg
(Брокерт Дж.А.С. «Карманный справочник аналитика», сборник № 9 Гюнцлев Х. и другие, издательство Шпрингер, Хайдельберг (1990)

[9] Holland, G. and Tanner, S.D.: Plasma Source Mass Spectrometry New Developments and Applications The Royal Society of Chemistry (RSC) (1999) ISBN 0-85404-749-2
(Холланд Г. и Тэннер С.Д. «Масс-спектрометрия с плазменными источниками. Новые разработки и области применения» Королевское Общество химии (1999) ISBN 0-85404-749-2)

[10] Welz, B. and Sperling, M. Atomic Absorption Spectroscopy, Wiley VCH, Federal Republic of Germany, (1999) ISBN 3-527-28571-7
(Вельц Б. и Шперлинг Н. «Атомно-абсорбционная спектрометрия», Вили-VCH, Федеральная Республика Германия (1999) ISBN 3-527-28571-7)

[11] ISO 7027, Water quality – Determination of turbidity
(Качество воды. Определение помутнения)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 17294-1:2004 Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS). Часть 1. Общее руководство	IDT	СТБ ISO 17294-1-2007 Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Общие требования

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 12.11.2007. Подписано в печать 22.12.2007. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,21 Уч.- изд. л. 1,08 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru