ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии

СТ РК ГОСТ Р 51309 - 2003

Издание официальное

**Комитет по стандартизации, метрологии и сертификации
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием "Казахстанский институт стандартизации и сертификации"

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от «07»ноября 2003 г. № 380

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст ГОСТ Р 51309-99, отражает потребности экономики Республики Казахстан. Раздел 4 настоящего стандарта учитывает требования международных стандартов ИСО 5961-94 «Качество воды. Определение кадмия. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии» и ИСО 9174-90 «Качество воды. Определение общего хрома. Методы атомно-абсорбционной спектрометрии». Раздел 5 учитывает требования ИСО 11885-96 «Качество воды. Определение 33 элементов методом атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой»

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ ПЕРИОДИЧНОСТЬПРОВЕРКИ **5** лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения 1

2 Нормативные ссылки 1

3 Сокращения 2

4 Определение содержания алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, титана, хрома, цинка методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (метод 1) 2

5 Определение содержания алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, калия, кальция, кобальта, кремния, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (метод 2) 9

Приложение А Режимы проведения измерений по методу 1 15

Приложение Б Контроль точности (погрешности) результатов измерений 16

Приложение В Режимы проведения измерений по методу 2 и мешающие элементы 18

Приложение Г Приготовление градуировочных растворов смеси элементов 19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Вода питьевая
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДАМИ АТОМНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Дата введения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевые воды и воды источников водоснабжения и устанавливает два метода определения массовой концентрации элементов:

1 — определение содержания алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, титана, хрома, цинка (далее по тексту — элементы) методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (ААС-ЭТА):

2 — определение содержания алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, калия, кальция, кобальта, кремния, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка (далее по тексту — элементы) методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Методы могут применяться и для целей сертификации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4979-49 Вода хозяйственно-питьевого и промышленного водоснабжения. Методы химического анализа. Отбор, хранение и транспортирование проб

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157-79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

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

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14836-82 Палладий в порошке. Технические условия

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

ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

СТ РК ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб

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

Издание официальное

ГОСТ 28165-89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы, Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835—1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуировочные. Часть 1. Общие требования

3 Сокращения

В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:
ААС — атомно-абсорбционная спектрометрия
ЭТА — электротермическая атомизация
АЭС — атомно-эмиссионная спектрометрия
ИСП — индуктивно связанная плазма
ГСО — государственный стандартный образец

4 Определение содержания алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, титана, хрома, цинка методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (метод 1)

Метод позволяет определять массовые концентрации следующих элементов:

алюминия	— от 0,01 до 0,1 мг/дм^3;	мышьяка	— от 0,005 до 0,3 мг/дм^3;
бария	— от 0,01 до 0,2 мг/дм^3;	никеля	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3;
бериллия	— от 0,0001 до 0,002 мг/дм^3;	олова	— от 0,005 до 0,02 мг/дм^3;
ванадия	— от 0,005 до 0,05 мг/дм^3;	свинца	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3;
висмута	— от 0,005 до 0,1 мг/дм^3;	селена	— от 0,002 до 0,05 мг/дм^3;
железа	— от 0,04 до 0,25 мг/дм^3;	серебра	— от 0,0005 до 0,01 мг/дм^3;
кадмия	— от 0,0001 до 0,01 мг/дм^3;	сурьмы	— от 0,005 до 0,02 мг/дм^3;
кобальта	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3;	титана	— от 0,1 до 0,5 мг/дм^3;
марганца	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3;	хрома	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3;
меди	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3;	цинка	— от 0,001 до 0,05 мг/дм^3.
молибдена	— от 0,001 до 0,2 мг/дм^3;		

Метод основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся в результате электротермической атомизации анализируемой пробы в графитовой печи спектрометра.

Метод может применяться для определения более высоких концентраций элементов после разбавления анализируемой пробы воды, но не более чем в сто раз.

4.1 Средства измерений, оборудование и реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр) любого типа с электротермическим атомизатором, позволяющим производить по заданной программе разогрев графитовой печи, оборудованный источниками резонансного излучения (спектральными лампами) для определения соответствующих элементов и устройством для коррекции неселективного поглощения (фона).

Цилиндр мерный вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 или с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Микродозаторы.

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

Государственные стандартные образцы состава водных растворов элементов по ГОСТ 8.315.

Примечание — Вместо ГСО состава водных растворов индивидуальных элементов допускается использовать многокомпонентные ГСО состава водных растворов элементов. При отсутствии в государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов необходимых ГСО, допускается использовать аттестованные смеси элементов. *ГСО должны утверждены или допущены к применению в РК по ГОСТ 8.315.*

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Стакан термостойкий по ГОСТ 25336.

Холодильник бытовой любого типа.

Фильтры бумажные обездоленные, «синяя лента» или мембранные диаметром пор 0,45—0,55 мкм.

Устройство для фильтрования.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Аквадистилляторы одноступенчатый и двухступенчатый по ГОСТ 28165.

Посуда для транспортирования и хранения отобранных проб воды вместимостью 0,2-0,5дм^3 из полимерных материалов (полиэтилена, полипропилена, поливинилхлорида, фторопласта, предназначенных для изготовления емкостей для пищевых продуктов или лекарственных препаратов).

Кислота азотная по ГОСТ 11125, особой чистоты или по ГОСТ 4461, очищенная методом перегонки.

Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20298). ч

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157 или азот газообразный по ГОСТ 9293.

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

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

Допускается применять другие средства измерений, оборудование и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

4.2 Отбор проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979 и СТ РК ГОСТ Р 51593 в посуду объемом 0,2—0,5 дм^3, изготовленную из полимерных материалов. Если измерение проводят более чем через 5 ч после отбора, пробы консервируют, добавляя на 0,2 дм^3 воды 3 см^3 концентрированной азотной кислоты.

Срок хранения законсервированных проб при определении висмута, кадмия, мышьяка, олова, селена, серебра и сурьмы 5 сут, остальных проб — 14 сут. Проба не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света.

4.3 Порядок подготовки к проведению измерений

4.3.1 Подготовка посуды

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

4.3.2 Приготовление растворов

4.3.2.1 Раствор азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 см^3 бидистиллированной (деионизированной) воды и приливают 15 см^3 концентрированной азотной кислоты. После охлаждения до комнатной температуры доводят раствор бидистиллированной (деионизированной) водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 3 мес.

4.3.2.2 Раствор разбавленной в соотношении 1 : 1 азотной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 см^3 бидистиллированной (деионизированной) воды, затем мерным цилиндром осторожно приливают 500 см^3 концентрированной азотной кислоты. После охлаждения раствора до комнатной температуры раствор в колбе доводят до метки бидистиллированной (деионизированной) водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 6 мес.

4.3.2.3 Химический модификатор (модификатор матрицы)

При определении многих легколетучих элементов для увеличения температуры озоления пробы и разделения пиков атомного и фонового поглощения используют химические модификаторы (модификаторы матрицы). Растворы нитрата палладия и нитрата магния являются универсальными модификаторами. Допускается применение других модификаторов или их смеси, в зависимости от рекомендаций фирм — изготовителей приборов.

4.3.2.3.1 Раствор нитрата палладия с массовой концентрацией палладия 1 г/дм^3

В термостойкий стакан помещают 1,00 г порошкообразного палладия, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, промывают фильтр несколькими порциями раствора азотной кислоты концентрации 0,3 моль/дм^3 и доводят ею объем раствора до метки. Срок хранения раствора 6 мес.

4.3.2.3.2 Раствор нитрата магния массовой концентрации 3 г/дм^3

В колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 5,19 г нитрата магния и растворяют в растворе азотной кислоты концентрацией 0,3 моль/дм^3. Срок хранения раствора 3 мес.

4.3.2.4 Градуировочные растворы элементов

Градуировочные растворы готовят путем разбавления в мерной посуде необходимого стандартного образца состава водного раствора элемента раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3 в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца. В качестве градуировочных растворов могут применяться непосредственно стандартные образцы состава водных растворов элементов. Градуировочные растворы каждого определяемого элемента должны охватывать весь рабочий диапазон измерения его массовой концентрации в пробах. Их число должно быть не менее трех.

Срок хранения приготовленных градуировочных растворов элементов с массовой концентрацией от 100 до 10 мг/дм^3 в плотно закрытой посуде из полимерных материалов (кроме раствора серебра) не более 2 мес; раствора серебра в посуде из темного стекла не более 14 сут; градуировочных растворов элементов с массовой концентрацией от 10 до 1 мг/дм^3 в плотно закрытой пластиковой посуде (кроме раствора серебра) не более 1 мес; раствора серебра в посуде из темного стекла не более 7 сут; градуировочных растворов элементов с массовой концентрацией от 1 до 0,1 мг/дм^3 в плотно закрытой пластиковой посуде (кроме раствора серебра) не более 7 сут. Хранят растворы в холодильнике при температуре 4—8 ^{0}С. Градуировочные растворы элементов массовой концентрации менее 0,1 мг/дм^3 и серебра менее 1 мг/дм^3 готовят непосредственно перед началом измерений и используют не позднее 8 ч с момента их приготовления.

4.3.2.5 Холостая проба — раствор азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3. Холостая проба должна содержать все вещества и в таких концентрациях, которые добавляют к анализируемой пробе.

4.3.2.6 При приготовлении растворов необходимо контролировать чистоту применяемой для разбавления бидистиллированной (деионизированной) воды и раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3. Измеренное в них по 4.4 содержание определяемых элементов не должно быть более значения нижней границы установленного диапазона измерений. В противном случае используют реактивы более высокой чистоты или проводят их дополнительную очистку, например, методом перегонки.

4.3.3 Подготовка прибора

Атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр) с электротермическим атомизатором подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации. Режимы работы прибора и программу нагрева печи устанавливают в соответствии с рекомендациями фирмы—изготовителя прибора. Рекомендуемые режимы проведения измерений приведены в приложении А. При этом для конкретного типа прибора оптимальные режимы работы устанавливают экспериментально.

4.3.4 Градуировка прибора

Градуировку прибора проводят перед началом измерений подготовленных проб.

Для получения градуировочной характеристики в режимах, установленных по 4.3.3, не менее трех раз измеряют значение атомного поглощения холостой пробы, а затем — каждого градуировочного раствора определяемого элемента, приготовленного по 4.3.2.4, как правило, в порядке возрастания концентрации. По результатам измерений определяют градуировочную зависимость среднего значения атомного поглощения конкретного элемента с учетом среднего значения атомного поглощения холостой пробы от массовой концентрации элемента в анализируемом градуировочном растворе.

4.3.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют не менее чем через каждые 15 анализируемых проб воды. Для контроля стабильности градуировочной характеристики измеряют приготовленный градуировочный раствор, в котором массовая концентрация элемента находится вблизи рабочего диапазона измерений этого элемента в анализируемой партии проб.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется условие

$$100\,|C - C_k| \le 0{,}5\,\delta C_k, \qquad (1)$$

где $C_к$ — действительное значение массовой концентрации элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3,

C — измеренное значение массовой концентрации элемента в этом же градуировочном растворе, мг/дм^3,

δ — относительная погрешность, %.

В случае невыполнения условия (1) проводят повторную градуировку прибора.

4.3.6 Подготовка проб

4.3.6.1 К пробе анализируемой воды, если ее не консервировали после отбора, добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 3,0 см^3 азотной кислоты на 200 см^3 воды, раствор тщательно перемешивают и выдерживают не менее 3 ч. Если в подкисленной пробе находятся заметные глазом взвешенные частицы, то перед проведением измерений ее фильтруют.

4.3.6.2 При необходимости разбавления исходной пробы воды, а также для устранения возможного мешающего влияния матрицы, подготовленные по 4.3.6.1 пробы разбавляют раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3.

Для проверки наличия мешающего влияния матрицы из подготовленной по 4.3.6.1 пробы отбирают аликвотную часть и разбавляют ее в 5—10 раз раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3. Исходную и разбавленную пробы измеряют по 4.4.

Мешающие влияния считают незначимыми, если выполняется условие

$$\left| K_p C_p - C \right| < \sqrt{(0{,}01\delta K_p C_p)^2 + (0{,}01\delta C)^2} \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация элемента в исходной пробе, мг/дм^3;

$C_р$ — массовая концентрация элемента в разбавленной пробе, мг/дм^3;

$K_р$ — кратность разбавления исходной пробы;

δ — относительная погрешность для соответствующего значения $C_р$ и C, %.

В случае загрязнения графитовой печи при измерении проб с содержанием определяемого элемента, выходящим за верхнюю границу диапазона измерений, необходимо провести ее отжиг до тех пор, пока сигнал при определении холостой пробы не вернется к исходному уровню.

4.4 Порядок проведения измерений

4.4.1 Измерение массовой концентрации элементов проводят при нормальных климатических условиях испытаний с учетом требований руководства (инструкции) по эксплуатации спектрометра (спектрофотометра).

4.4.2 Устанавливают оптимальные режимы измерений для конкретного элемента в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации спектрометра.

4.4.3 Аликвотную часть подготовленной по 4.3.6 пробы вводят дозирующим устройством (микродозатором) в графитовую печь спектрометра. Нагревание пробы проводят в токе инертного газа (аргона) по программе, включающей высушивание, озоление, атомизацию пробы и отжиг печи. При измерении железа, кобальта, марганца, меди, мышьяка, никеля, свинца, серебра и цинка допускается использовать в качестве инертного газа азот. Измерение атомного поглощения элемента в каждой пробе проводят не менее двух раз. Компенсацию неселективного поглощения осуществляют с использованием различных способов коррекции: непрерывного спектра дейтериевой лампой, на основе эффекта Зеемана и другие. Измеряемая массовая концентрация определяемого элемента в пробе должна находиться в пределах найденной по 4.3.4 градуировочной зависимости.

4.4.4 Для повышения температуры озоления проб рекомендуется в графитовую печь атомизатора, перед введением в нее аликвотной части подготовленной пробы, добавлять модификатор, приготовленный по 4.3.2.3, в соответствии с рекомендациями фирмы—изготовителя прибора. При этом данную процедуру проводят и при градуировке прибора. Допускается добавлять модификатор матрицы непосредственно в анализируемые пробы, соответствующие градуировочные растворы и холостую пробу.

4.4.5 Холостой опыт

Измеряют значение атомного поглощения холостой пробы, приготовленной по 4.3.2.5.

4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 По значениям атомного поглощения элемента в анализируемой пробе воды и в холостой пробе, используя градуировочную зависимость по 4.3.4, определяют массовую концентрацию элемента в пробе X, мг/дм^3.

4.5.2 За результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений анализируемого элемента, удовлетворяющих условию Б.1.

4.5.3 Если исходную анализируемую пробу разбавляли, то полученный по 4.5.2 результат умножают на кратность произведенного разбавления исходной пробы.

4.5.4 Результат определения содержания элемента в анализируемой пробе в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, \qquad (3)$$

где X— массовая концентрация элемента в воде, мг/дм^3;

Δ — абсолютная погрешность определения массовой концентрации элемента, мг/дм^3, при вероятности P = 0,95.

Значение Δ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01\delta X, \qquad (4)$$

где δ — относительная погрешность определения элемента по таблице 1 .

Если исходную пробу разбавляли, то значение Δ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01\ \delta K_p C_p \qquad (5)$$

4.6 Характеристики погрешности

Границы относительной погрешности измерений массовой концентрации элементов δ, %, при вероятности P = 0,95, не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Границы относительной погрешности, ±δ,%
Алюминий	От 0,01 до 0,1 включ	40
Барий	» 0,01 » 0,2 »	30
Бериллий	» 0,001 » 0,0005 »	50
	Св. 0,0005 » 0,002 »	25
Ванадий	От 0,005 » 0,01 »	50
	Св. 0,01 »0,05 »	25
Висмут	От 0,005 » 0,05 »	60
	Св. 0,05 » 0,1 »	30
Железо	От 0,04 » 0,25 »	20
Кадмий	» 0,0001 » 0,001 »	50
	Св. 0,001 » 0,01 »	25
Кобальт	От 0,001 » 0,005 »	35
	Св. 0,005 » 0.05 »	20
Марганец	От 0,001 » 0,05 »	20
Медь	» 0,001 » 0,01 »	40
	Св. 0,01 » 0,05 »	20
Молибден	От 0,001 » 0,05 »	35
	Св. 0,05 » 0,2 »	20
Мышьяк	От 0,005 » 0,02 »	50
	Св. 0,02 » 0,05 »	25
	» 0,05 » 0,3 »	15
Никель	От 0,001 » 0,05 »	30
Олово	» 0,005 » 0,02 »	40
Свинец	» 0,001 » 0,01 »	40
	Св. 0,01 » 0,05 »	20
Селен	От 0,002 » 0,05 »	20
Серебро	» 0,0005 » 0,01 »	40
Сурьма	» 0,005 » 0,02 »	35
Титан	» 0,1 » 0,5 »	40
Хром	» 0,001 » 0,01 »	40
	Св. 0,01 » 0,05 »	25
Цинк	От 0,001 » 0,05 »	25

4.7 Оформление результатов

Полученные результаты регистрируют в протоколах, в которых указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- информацию, необходимую для идентификации пробы, или ее порядковый номер;
- отклонения при проведении определения, если таковые имелись, и факторы, отрицательно влияющие на их результаты;
- дату отбора пробы и проведения измерений;
- результат определения;
- фамилию исполнителя.

4.8 Контроль точности (погрешности) результатов измерений

4.8.1 Контроль точности (погрешности) результатов измерений приведен в приложении Б.

4.8.2 Нормативы оперативного контроля сходимости и воспроизводимости, при вероятности Р = 0,95, приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Нормативы оперативного контроля	
		Сходимости d, %	Воспроизводимости D, %
Алюминий	От 0,01 до 0,1 включ	37	52
Барий	» 0,01 » 0,2 »	28	39
Бериллий	» 0,001 » 0,0005 »	46	64
	Св. 0,0005 » 0,002 »	24	33
Ванадий	От 0,005 » 0,01 »	46	64
	Св. 0,01 » 0,05 »	24	33
Висмут	От 0,005 » 0,05 »	56	78
	Св. 0,05 » 0,1 »	28	39
Железо	От 0,04 » 0,25 »	21	29
Кадмий	От 0,0001 » 0,001 »	46	64
	Св. 0,001 » 0,01 »	24	33
Кобальт	От 0,001 » 0,005 »	33	46
	Св. 0,005 » 0.05 »	21	29
Марганец	От 0,001 » 0,05 »	21	29
Медь	» 0,001 » 0,01 »	37	52
	Св. 0,01 » 0,05 »	21	29
Молибден	От 0,001 » 0,05 »	33	46
	Св. 0,05 » 0,2 »	21	29
Мышьяк	От 0,005 » 0,02 »	46	64
	Св. 0,02 » 0,05 »	24	33
	» 0,05 » 0,3 »	16	21
Никель	От 0,001 » 0,05 »	28	39
Олово	» 0,005 » 0,02 »	37	52
Свинец	» 0,001 » 0,01 »	37	52
	Св. 0,01 » 0,05 »	22	30
Селен	От 0,002 » 0,05 »	22	30
Серебро	» 0,0005 » 0,01 »	37	52
Сурьма	» 0,005 » 0,02 »	33	46
Титан	» 0,1 » 0,5 »	37	52
Хром	» 0,001 » 0,01 »	37	52
	Св. 0,01 » 0,05 »	24	33
Цинк	От 0,001 » 0,05 »	24	33

5 Определение содержания алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, калия, кальция, кобальта, кремния, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (метод 2)

Метод позволяет определять массовые концентрации следующих элементов:

алюминия	- от 0,01 до 50 мг/дм^3	железа	- от 0,05 до 50 мг/дм^3
бария	- от 0,001 до 50 мг/дм^3	кадмия	- от 0,0001 до 10 мг/дм^3
бериллия	- от 0,0001 до 10 мг/дм^3	калия	- от 0,1 до 500 мг/дм^3
бора	- от 0,01 до 50 мг/дм^3	кальция	- от 0,01 до 50 мг/дм^3
ванадия	- от 0,000до 50 мг/дм^3	кобальта	- от 0,001 до 0,05 мг/дм^3
висмута	- от 0,05 до 10 мг/дм^3	кремния	- от 0,005 до 5 мг/дм^3
вольфрама	- от 0,02 до 10 мг/дм^3	лития	- от 0,001 до 50 мг/дм^3
магния	- от 0,05 до 50 мг/дм^3	селена	- от 0,005 до 5 мг/дм^3
марганца	- от 0,001 до 10 мг/дм^3	серебра	- от 0,005 до 50 мг/дм^3
молибдена	- от 0,001 до 10 мг/дм^3	стронция	- от 0,001 до 50 мг/дм^3
мышьяка	- от 0,005 до 50 мг/дм^3	сурьмы	- от 0,005 до 50 мг/дм^3
меди	- от 0,001 до 50 мг/дм^3	теллура	- от 0,005 до 10 мг/дм^3
натрия	- от 0,1 до 500 мг/дм^3	титана	- от 0,001 до 50 мг/дм^3
никеля	- от 0,001 до 10 мг/дм^3	хрома	- от 0,001 до 50 мг/дм^3
олова	- от 0,005 до 5 мг/дм^3	цинка	- от 0,005 до 50 мг/дм^3
свинца	- от 0,001 до 10 мг/дм^3		

Метод основан на измерении интенсивности излучения атомов определяемых элементов, возникающего при распылении анализируемой пробы в аргоновую плазму, индуктивно возбуждаемую радиочастотным электромагнитным полем.

На результаты определения массовой концентрации элемента в воде могут оказывать мешающие влияния другие элементы, приведенные в приложении В.

Метод может применяться для определения более высоких концентраций элементов после разбавления анализируемой пробы воды, но не более чем в сто раз.

При необходимости достижения на используемом типе атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой нижней границы диапазона измерений применяют специальную систему ввода пробы в спектрометр, например ультразвуковое распыление пробы.

5.1 Средства измерений, оборудование и реактивы

Атомно-эмиссионный спектрометр с радиочастотным электромагнитным генератором для возбуждения индуктивно-связанной аргоновой плазмы, оборудованный устройством для контроля скоростей потока аргона, устройством для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов.

Цилиндры мерные вместимостью 100 и 500 см^3 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 или с одной отметкой по ГОСТ 29169.

Государственные стандартные образцы состава водных растворов элементов по ГОСТ 8.315.

Примечание — Вместо ГСО состава водных растворов индивидуальных элементов можно использовать многокомпонентные ГСО состава водных растворов элементов. При отсутствии в государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов необходимых ГСО допускается использовать аттестованные смеси элементов.

Холодильник бытовой любого типа.

Фильтры бумажные обеззоленные, «синяя лента» или, мембранные с диаметром пор 0,45— 0,55 мкм.

Устройство для фильтрования.

Аквадистилляторы одноступенчатый и двухступенчатый по ГОСТ 28165.

Посуда для транспортирования и хранения отобранных проб воды вместимостью 0,2—0,5 $дм^3$ из полимерных материалов (полиэтилена, полипропилена, поливинилхлорида, фторопласта, предназначенных для изготовления емкостей для пищевых продуктов или лекарственных препаратов).

Кислота азотная по ГОСТ 11125 особой чистоты или по ГОСТ 4461, очищенная методом перегонки.

Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенна я через колонку с ионнообменной смолой по ГОСТ 20298).

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

Допускается применять другие средства измерений, оборудование и реактивы с техническими метрологическими характеристиками не хуже указанных.

5.2 Отбор проб — по 4.2.

5.3 Порядок подготовки к проведению измерений

5.3.1 Подготовка посуды - по 4.3.1.

5.3.2 Приготовление растворов

5.3.2.1 Раствор азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/$дм^3$ - по 4.3.2.1.

5.3.2.2 Раствор разбавленной 1:1 азотной кислоты - по 4.3.2.2.

5.3.2.3 Градуировочные растворы элементов - по 4.3.2.4.

5.3.2.4 Градуировочные растворы смеси элементов

Градуировочные растворы смеси элементов серий «А» и «Б» готовят в соответствии с приложением Г непосредственно перед началом измерений путем смешения градуировочных растворов, приготовленных по 4.3.2.4 соответствующей массовой концентрации и разбавлением раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/$дм^3$. Растворы используют не позднее 8 ч с момента приготовления. Градуировочные растворы смеси элементов должны охватывать весь рабочий диапазон измерения массовой концентрации определяемого элемента в пробах. Их число должно быть не менее двух.

5.3.2.5 Холостая проба — по 4.3.2.5.

5.3.2.6 Контроль чистоты применяемых реактивов — по 4.3.2.6.

5.3.3 Подготовка прибора

Атомно-эмиссионный спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации. Режимы работы прибора устанавливают в соответствии с рекомендациями фирмы—изготовителя прибора. Рекомендуемые режимы проведения измерений приведены в приложении В. При этом для конкретного типа прибора оптимальные режимы устанавливают экспериментально.

5.3.4 Устранение мешающих влияний

Коррекцию фона при возникновении матричных эффектов и учет взаимного влияния измеряемых элементов за счет спектральных наложений (эффект интерференции) проводят при помощи программного обеспечения спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Спектральных наложений избегают выбором альтернативной длины волны излучения элемента (приложение В). Исследование эффекта интерференции и расчет необходимых поправок, учитывающих возможное влияние интерферирующих элементов, проводят на стандартных образцах водных растворов элементов со значениями массовых концентраций элементов не менее 100 мг/$дм^3$. Выбор точек коррекции фона проводят на наиболее типичных рабочих пробах воды и (или) градуировочных растворах смеси элементов путем измерения интенсивности фонового сигнала с одной или с двух сторон измеряемого спектрального пика элемента. Следует избегать выбора то-

чек коррекции фона для определяемого элемента в области, в которой возможно появление спектральных линий других интерферирующих элементов.

5.3.5 Градуировка прибора

Градуировку спектрометра проводят перед началом измерений подготовленных проб. Для получения градуировочной характеристики в режимах, установленных по 5.3.3 и 5.3.4, не менее двух раз измеряют на длине волны излучения определяемого элемента интенсивность атомного излучения холостой пробы и не менее двух градуировочных растворов, приготовленных по 5.3.2.3 или 5.3.2.4. Определение градуировочной характеристики, обработка и хранение результатов градуировки спектрометра проводят с использованием программного обеспечения спектрометра.

5.3.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики — по 4.3.5 не менее чем через каждые 30 анализируемых проб.

5.3.7 Подготовка проб — по 4.3.6. ,

5.4 Порядок проведения измерений

5.4.1 Измерение массовой концентрации элементов проводят при нормальных климатических условиях испытаний, с учетом требований руководства (инструкции) по эксплуатации спектрометра.

5.4.2 Устанавливают оптимальные режимы измерений по 5.3.3 и 5.3.4.

5.4.3 Ввод в спектрометр подготовленной по 4.3.6 пробы и измерение атомного излучения элементов в анализируемой пробе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации спектрометра. Интенсивность излучения после прохождения света через дифракционную решетку монохроматора или полихроматора регистрируется одним или несколькими фоточувствительными устройствами, фототок которых измеряется и обрабатывается компьютерной системой спектрометра.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Аналитические сигналы обрабатываются при помощи программного обеспечения спектрометра, используя градуировочную зависимость по 5.3.5, в том числе проводится коррекция фона, при необходимости учет взаимного влияния измеряемых элементов, и рассчитывается массовая концентрация определяемого элемента.

5.5.2 За результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений анализируемого элемента, удовлетворяющих условию Б.1.

5.5.3 Если исходную анализируемую пробу разбавляли, то полученный по 5.5.2 результат умножают на кратность произведенного разбавления исходной пробы.

5.5.4 Результат определения содержания элемента в анализируемой пробе в документах, предусматривающих их использование, предоставляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \qquad (6)$$

где X - массовая концентрация элемента в воде, мг/дм^3;

Δ - абсолютная погрешность определения массовой концентрации элемента, мг/дм^3, при вероятности P=0,95.

Значение Д рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01\,\delta\,X \qquad (7)$$

где δ — относительная погрешность определения элемента по таблице 1,

Если исходную пробу разбавляли, то значение Δ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01\,\delta\,K_pC_p \qquad (8)$$

5.6 Характеристики погрешности

Границы относительной погрешности измерений массовой концентрации элементов, δ, %, при вероятности Р = 0,95, не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Границы относительной погрешности, ±δ,%
Алюминий	От 0,01 » 0,5 »	30
	Св. 0,5 » 50 »	15
Барий	От 0,01 » 0,1 »	30
	Св. 0,1 » 50 »	20
Бериллий	От 0,001 » 0,0005 »	20
	Св. 0,05 » 10 »	15
Бор	От 0,01 » 1 »	40
	Св. 1 » 50 »	10
Ванадий	От 0,001 » 0,05 »	20
	Св. 0,05 » 50 »	15
Висмут	От 0,05 » 10 »	25
Железо	От 0,05 » 0,5 »	25
	Св. 0,5 » 5,0 »	15
	» 5,0 » 50 »	10
Кадмий	От 0,0001 » 0,001 »	30
	Св. 0,001 » 1,0 »	25
	» 1,0 до 10 »	10
Калий	От 0,1 » 500 »	15
Кальций	» 0,01 » 50 »	10
Кобальт	От 0,001 » 1,0 »	25
	Св. 1,0 » 10 »	10
Кремний	От 0,05 » 1,0 »	20
	Св. 1,0 » 5 »	15
Литий	От 0,001 » 0,1 »	30
	Св. 0,1 » 50 »	20
Магний	От 0,05 » 1,0 »	20
	Св. 1,0 » 50 »	10
Марганец	От 0,001 » 0,05 »	50
	Св. 0,01 » 50 »	20
Медь	От 0,001 » 0,01 »	50
	Св. 0,01 » 50 »	20
Молибден	От 0,001 » 0,1 »	20
	Св. 0,1 » 10 »	10
Мышьяк	От 0,005 » 0,02 »	40
	Св. 0,02 » 50 »	15
Натрий	От 0,1 » 1,0 »	20
	Св. 1,0 » 50 »	15
	» 1,0 » 50 »	10
Никель	От 0,001 » 0,05 »	40
	Св. 0,05 » 0,5 »	20
	» 0,05 » 10 »	10

Олово	От 0,005 » 0,1 »	40
	Св. 0,1 » 5,0 »	20
Свинец	От 0,001 » 0,01 »	50
	Св. 0,01 » 0,05 »	25
	» 0,1 » 10 »	20
Селен	От 0,005 » 0,01 »	20
	Св. 0,01 до 10 »	10
Серебро	От 0,005 » 50 »	16
Стронций	» 0,001 » 10 »	20
	Св. 10 » 50 »	15
Сурьма	От 0,005 » 50 »	20
Теллур	» 0,005 » 10 »	30
Титан	» 0,001 » 0,5 »	40
	Св. 0,01 » 50 »	20
Хром	От 0,001 » 0,01 »	25
	Св. 0,01 » 50 »	20
Цинк	От 0,001 » 0,05 »	35
	Св. 0,01 » 0,1 »	25
	» 0,1 » 50 »	15

5.7 Оформление результатов — по 4.7.

5.8. Контроль точности (погрешности) результатов измерений

5.8.1 Контроль точности (погрешности) результатов измерений приведен в приложении Б.

5.8.2 Нормативы оперативного контроля сходимости и воспроизводимости, при вероятности Р — 0,95, приведены в таблице 4.

Таблица 4

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Нормативы оперативного контроля	
		Сходимости d,%	Воспроизводимости D, %
Алюминий	От 0,01 » 0,5 »	28	39
	Св. 0,5 » 50 »	16	21
Барий	От 0,01 » 0,1 »	28	39
	Св. 0,1 » 50 »	20	28
Бериллий	От 0,0001 » 0,005 »	21	29
	Св. 0,005 » 10 »	16	21
Бор	От 0,01 » 1 »	37	52
	Св. 1 » 50 »	11	15
Ванадий	От 0,001 » 0,05 »	21	29
	Св. 0,05 » 50 »	11	15
Висмут	От 0,05 » 10 »	24	33
Вольфрам	От 0,02 » 10 »	24	33
Железо	» 0,05 » 0,5 »	24	33
	Св. 0,5 » 5,0 »	16	21
	» 5,0 » 50 »	11	15

Окончание таблицы 4

Кадмий	От 0,0001 » 0,001 »	28	39
	Св. 0,001 » 1,0 »	24	33
	» 1,0 » 10 »	11	15
Калий	От 0,1 » 500 »	16	21
Кальций	» 0,01 » 50 »	11	15
Кобальт	» 0,001 » 1,0 »	24	33
	Св. 1,0 » 10 »	11	15
Кремний	От 0,05 » 1,0 »	21	29
	Св. 1,0 » 5 »	16	21
Литий	От 0,001 » 0,1 »	28	39
	Св. 0,1 » 50 »	21	29
Магний	От 0,05 » 1,0 »	21	29
	Св. 1,0 » 50 »	11	15
Марганец	От 0,001 » 0,01 »	33	46
	Св. 0,01 » 10 »	21	29
Медь	От 0,001 » 0,01 »	46	64
	Св. 0,01 » 50 »	21	29
Молибден	От 0,001 » 0,1 »	21	29
	Св. 0,1 » 10 »	11	15
Мышьяк	От 0,005 » 0,02 »	39	55
	Св. 0,02 » 50 »	17	22
Натрий	От 0,5 » 1,0 »	21	29
	Св. 1,0 » 50 »	16	21
	» 50 » 500 »	11	15
Никель	От 0,001 » 0,05 »	37	52
	Св. 0,05 » 0,5 »	21	29
	» 0,5 » 10 »	11	15
Олово	От 0,005 » 0,1 »	37	52
	Св. 0,1 » 5,0 »	21	29
Свинец	От 0,001 » 0,01 »	46	64
	Св. 0,01 » 0,10 »	24	33
	» 0,1 » 10 »	21	29
Селен	От 0,005 » 0,01 »	21	29
	Св. 0,01 » 10 »	11	15
Серебро	От 0,005 » 50 »	17	23
Стронций	» 0,001 » 10 »	21	29
	Св. 10 » 50 »	16	21
Сурьма	От 0,005 » 50 »	21	29
Теллур	» 0,005 » 10 »	28	39
Титан	» 0,001 » 0,01 »	37	52
	Св. 0,01 » 50 »	21	29
Хром	От 0,001 » 0,01 »	24	33
	Св. 0,01 » 50 »	21	29
Цинк	От 0,001 » 0,05 »	33	46
	Св. 0,01 » 0,1 »	24	33
	» 0,1 » 50 »	16	21

Приложение А
(справочное)

Режимы проведения измерений по методу 1

Таблица А.1

Символ элемента	Al	Ag	As	Ba	Be	Bi	Cd	Co	Cr	Cu	Fe
Длина волны регистрации, нм	309,3 396,2	328,1	193,7	553,6	234,9	223,1	228,8	240,7; 242,5	357,9	324,7	248,3
Озоление, °С	800	400		1200	900		300	800	800	1000	800
или при применении модификатора матрицы — (1) - раствор нитрата палладия, (2) - раствор нитрата магния:											
Озоление, °С	1700 (2)	1000 (1)	1200 (1+2)		1600 (2)	1100 (1+2)	800 (1)	1400 (2)	1500 (2)	1300 0)	1400 (2)
Атомизация, °С	2500	1600	2000	2500	2400	1800	1700	2500	2500	2200	2400

Окончание таблиц А.1

Символ элемента	Мп	Mo	Ni	Pb	Se	Sb	Sn	Ti	V	Zn
Длина волны регистрации, нм	279,5	313,3	232,0	283,3	196,0	217,6	286,3	364,3	318,4	213,9 307,6
Озоление, °С	800	1300	1100	500		800		1400	1200	1200
или при применении модификатора матрицы — (1) - раствор нитрата палладия, (2) - раствор нитрата магния:										
Озоление, °С	1400 (2)	1800 (1+2)		800 (2)	1100 (1+2)	1100 (I)	1400 d+2)			700 (2)
Атомизация, °С	2000	2600	2300	1900	1900	1800	2200	2650	2500	1800

Приложение Б
(рекомендуемое)

Контроль точности (погрешности) результатов измерений

Внутренний оперативный контроль качества результатов определения содержания элементов в пробах воды включает в себя оперативный контроль точности, воспроизводимости и сходимости.

Периодичность проведения оперативного контроля устанавливают в каждой лаборатории в зависимости от количества проводимых определений каждого элемента.

Б.1 Оперативный контроль сходимости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы. Подготовленную пробу измеряют два раза в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Результат контроля считают удовлетворительным при условии

$$200\,|X_1-X_2| \le d\,|X_1+X_2|$$

где X_1, X_2 - результаты параллельных измерений, мг/дм^3;

d— норматив оперативного контроля сходимости, %, таблицы 2 или 4 в зависимости от метода.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости измерения повторяют. При повторном превышении норматива d выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Б.2 Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются рабочие пробы воды. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений. Отобранный объем делят на две части и анализируют в соответствии с требованиями настоящего стандарта различными операторами или в различное время, при соблюдении условий и сроков хранения проб. Результат контроля считают удовлетворительным при условии

$$200\,|X_1-X_2| \le D\,|X_1+X_2| \qquad (Б.2)$$

где X_1, X_2 - результаты независимых измерений, мг/дм^3;

D — норматив оперативного контроля воспроизводимости, %, таблица 2 или 4 в зависимости от метода.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости измерения повторяют. При повторном превышении норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Б.3 Оперативный контроль точности

Контроль точности результатов измерений проводят методом добавок в рабочие пробы воды. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения измерений.

Отобранный объем рабочей пробы воды делят на две части, первую из которых анализируют в соответствии с методом настоящего стандарта, и получают результат определения содержания элемента в пробе X, мг/дм^3. Во вторую часть вносят добавку определяемого элемента, используя стандартные образцы, аттестованные смеси или градуировочные растворы. Содержание добавки должно составлять от 50 до 200 % от содержания элемента в пробе X. Пробу с добавкой анализируют в соответствии с методом настоящего стандарта, получая результат определения содержания элемента в пробе с добавкой Y, мг/дм^3.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|Y-X-C| \le K, \qquad (Б.3)$$

где X— результат определения массовой концентрации элемента в пробе, мг/дм^3;

Y— результат определения массовой концентрации элемента в пробе с добавкой, мг/дм^3;

С— действительное содержание элемента в добавке к пробе, рассчитанное исходя из значения его содержания в стандартном образце (градуировочном растворе), мг/дм^3;

К— норматив контроля точности вычисляют по формуле

$$K = 0{,}84\sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2}. \qquad (Б.4)$$

где Δ_1 и Δ_2— абсолютные погрешности определения массовой концентрации элемента соответственно в пробе и в пробе с добавкой. Значения Δ_1 и Δ_2 рассчитывают по формулам

$$\Delta_1=0{,}01\delta_1 X \quad \text{и} \quad \Delta_2=0{,}01\delta_2 Y \qquad (Б.5)$$

где δ_1 и δ_2 — относительные погрешности определения массовой концентрации элемента соответственно в пробе и в пробе с добавкой, приведенные в таблице 1 или 3 в зависимости от метода.

В случае, если значение массовой концентрации элемента в исходной пробе воды менее нижней границы диапазона измерений, то добавка должна в 2—5 раз превышать массовую концентрацию, соответствующую нижней границе диапазона измерений этого элемента. В этом случае норматив оперативного контроля точности рассчитывают по формуле

$$K = 0{,}84\ \Delta \qquad (Б.6)$$

где Δ — абсолютная погрешность определения массовой концентрации элемента в пробе с добавкой.

При превышении норматива оперативного контроля точности измерения повторяют. В случае повторного превышения норматива К выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Режимы проведения измерений по методу 2 и мешающие элементы

Таблица В.1

Символ элемента	Длина волны, излучения, нм	Мешающие элементы	Символ элемента	Длина волны, излучения, нм	Мешающие элементы
Ag	328,068 338, 289	Mn Cr	Mn	257,610 293,306	Fe, Mo, Cr Al, Fe
Al	167,080 308,215 396,152	Fe Mn, V, Mo, Fe Mo, Cu	Mo	202,030 203,844 204,844	— — —
As	189,042 193,759	Al, V, Co, Fe Fe, Al	Na	330,237 588,995 589,592	Cr Ar —
B	208,959 249,678 249,733	Al, Mo Fe, Cr Fe	Ni	231,604	Co, TI
			Pb	220, 353	Co, Al, Ti
Ba	233,527 455,403 493,409	Fe, V	Sb	206,833 217,581	Cr, Mg, Co Mn
Bi	223,061 306,772	Cu, Fe, V	Se	196,026 203,985	Fe, Al —
Be	234,861 313,042	Fe V	Si	212,412 251,611 288,158	— Cr, Fe —
Ca	315,887 317,933 393,366	Co, Mo Fe, V –	Sn	189,980 235,848	Cr, Si Mo, Co
Cd	214,438 226,502 228,802	Fe Fe, Ni, Ti As, Co	Sr	421,552 407,771 460,733	— U —
Cr	205,552 267,716 283,563	Fe, Mo, Ni Mn, V Fe, Mo	Te	214,281	Al, Fe, Ti
Co	228,616 238,892	Ti, Ba, Cd Fe, V	Ti	334,941 336,121 337,280 368,520	Ca, Cr — — Co, Cr
Cu	324,754 327,396	Ti, Mo, Ca —			
Fe	238,200 259,940 271,441	Co — Co, Ti	V	292,402 290,882 310,230 311,071	Fe, Mo, Cr Fe, Mo — Fe, Mo, Ti
K	766,490 769,900	Mg —	W	207,911 209,860 239,709	— — —
Li	460,286 670,784	Fe —	Zn	206,200 213,856	Cr Ni, Cu, Fe
Mg	279,079 279,553 285,210	— — Fe			

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(рекомендуемое)
Приготовление градуировочных растворов смеси элементов

Таблица Г.1 — Приготовление градуировочных растворов серии «А»

Номер раствора	Наименование (символ) элементов в приготавливаемых градуировочных растворах смеси элементов	Массовая концентрация элементов в градуировочных растворах, приготовленных по 4.3.2.4, мг/дм^3	Объем отбираемой аликвотной части градуировочного раствора, приготовленного по 4.3.2.4, см^3	Вместимость мерной колбы для приготовления градуировочных растворов смеси элементов, см^3	Массовая концентрация элементов в градуировочных растворах смеси элементов, мг/дм^3
I	Be, Cd	0,1	1,0	1000	0,0001
II	Be, Cd, Cr, Cu, Co, Mn, Mo, Ni, Pb, Ti, V	0,1	1,0	100	0,001
III	Ag, As, Be, Cd, Cr, Cu, Co, Ni, Mn, Mo, Pb, Sb, Se, Sn, Ti, V, Zn, 0,1	5,0	100	0,005	
IV	Ag, As, Al, Be, Cd, Cr, Cu, Co, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Ti, V, Zn	10	1,0	1000	0,01
V	Ag, As, Al, Be, Cd, Cr, Cu, Co, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Ti, V, Zn Fe	10	1,0	100	0,1
VI	Ag, As, Al, Be, Fe, Cr, Co, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, TI, V, Zn	1000*	1,0	100	10
VII	Ag, As, Al, Be, Cr, Sb, Ti, V, Zn, 1000*	5,0	100	50	

* Используют ГСО соответствующих элементов, в которых в качестве растворителя использован раствор азотной или соляной кислот.

Таблица Г.2 — Приготовление градуировочных растворов серии «Б»

Номер раствора	Наименование (символ) элементов в приготавливаемых градуировочных растворах смеси элементов	Массовая концентрация элементов в 1градуировочных растворах, приготовленных по 4.3.2.4, мг/дм^3	Объем отбираемой аликвотной части градуировочного раствора, приготовленного по 4.3.2.4, см^3	Вместимость мерной колбы для приготовления градуировочных растворов смеси элементов, см^3	Массовая концентрация элементов в градуировочных растворах смеси элементов, мг/дм^3
I	Ba, Li, Sr	0,1	1,0	100	0,001
II	B, Ba, Li, Sr	0,1	10	100	0,01
III	B, Ba, Ca, K, Li, Mg, Sr	10	10	1000	0,1
IV	B, Ba, Ca, K, Li, Mg, Na, Sr	10	10,0	100	1,0
V	B, Ba, Ca, K, Mg, Na, Li	1000*	1,0	100	10
VI	Ca, Ba, K, Mg, Na, Li	1000*	5,0	100	50
VII	K, Na	1000*	50	100	500

* Используют ГСО соответствующих элементов, в которых в качестве растворителя использован раствор азотной или соляной кислот.

МКС 13.060.20

Ключевые слова: вода питьевая, элементы, определение массовой концентрации, атомно-абсорбционная спектрометрия, электротермическая атомизация, атомно-эмиссионная спектрометрия, индуктивно связанная плазма

gost.e-ecolog.ru