ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ
Элементтер мөлшерін электр термикалық атомдаумен атомды-абсорбциялық әдіспен анықтау

ВОДА
Определение содержания элементов атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

ҚР СТ 2318-2013

Ресми басылым

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ

Элементтер мөлшерін электр термикалық атомдаумен атомды-абсорбциялық әдіспен анықтау

ҚР СТ 2318-2013

Ресми басылым

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

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны мен «Люмэкс-маркетинг» ЖШҚ **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 28 тамыздағы № 460-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт «Люмэкс-маркетинг» ЖШҚ әзірлеген Ә 01-46-2008 «МГА - 915» электр термикалық атомдаумен атомды-абсорбциялық спектрометр пайдалану арқылы атомды-абсорбциялық спектроскопия әдісімен табиғи және ағынды су сынамасында алюминий, барий, бериллий, ванадий, темір, кадмий, кобальт, литий, марганец, мыс, молибден, күшән, никелі, қалайы, қорғасын, селен, күміс, стронций, титан, хром, мырыш заттарының массалық концентрациясын өлшеуді орындау әдістемесі негізінде әзірленген (Санкт-Петербург қаласы, Ресей Федерациясы)

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2019 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде жыл сайын, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (өзгертілу) жою жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі.».

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ
Элементтер мөлшерін электр термикалық атомдаумен атомды-абсорбциялық әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт электр термикалық атомдаумен атомды-абсорбциялық спектрометр пайдалану арқылы атомды-абсорбциялық спектроскопия әдісімен табиғи және ағынды су сынамасында алюминий, барий, бериллий, ванадий, темір, кадмий, кобальт, литий, марганец, мыс, молибден, күшән, никелі, қалайы, қорғасын, селен, күміс, стронций, титан, хром, мырыш заттарының массалық концентрациясын өлшеуді орындау әдістемесін белгілейді.

Осы стандарт сынама дайындау тәсілінен байланысты төменде көрсетілген элементтер ерітілген нысандар және/немесе нысандар қосындысы (ерітілген және өлшенген, білікті құрамды) салмақтық концентрациясын анықтауға арналған.

Элементтердің массалық концентрациясының өлшенетін мәндер ауқымы 1-кестеде келтірген.

1-кесте. Сұйылтуды ескере отырып, су сынамасындағы элементтердің массалық концентрациясын өлшеу ауқымы

Элемент	Өлшеу ауқымы, мг/дм^3
Алюминий	0,02 бастап 10 дейін қоса
Барий	0,025 бастап 8 дейін қоса
Бериллий	0,0001 бастап 0,005 дейін қоса.
Ванадий	0,01 бастап 1 дейін қоса
Темір (372 нм)	0,05 бастап 10 дейін қоса
Кадмий	0,0001 бастап 0,02 дейін қоса
Кобальт	0,0005 бастап 10 дейін қоса
Литий	0,001 бастап 0,3 дейін қоса
Марганец	0,002 бастап 1 дейін қоса
Мыс	0,0005 бастап 1 дейін қоса
Молибден	0,001 бастап 0,4 дейін қоса
Күшән	0,005 бастап 1 дейін қоса
Никель	0,005 бастап 1 дейін қоса
Қалайы	0,02 бастап 0,2 дейін қоса
Қорғасын	0,002 бастап 1 дейін қоса

Ресми басылым

1-кесте (*жалғасы*)

Элемент	Өлшеу ауқымы, мг/дм^3
Селен	0,002 бастап 1 дейін қоса
Күміс	0,005 бастап 1 дейін қоса
Стронций	0,001 бастап 1 дейін қоса
Титан	0,02 бастап 1 дейін қоса
Хром	0,005 бастап 1 дейін қоса
Мырыш (213,9 нм)	0,005 бастап 1 дейін қоса
Мырыш (307,6 нм)	0,1 бастап 10 дейін қоса

Сынамаларды минералдау 5 г/дм^{3}аспауға тиіс.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 2.1-2009 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Терминдер мен анықтамалар.

ҚР СТ 2.4-2009 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдарын салыстырып тексеру. Ұйымдастыру және өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Өлшем бірлікті қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдары типін бекіту және сынақ өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 Қазақстан Республикасының Өлшем бірлікті қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдарының метрологиялық аттестациясын өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.79-2004 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Шетел өндірген заттар мен материалдардың құрамы мен қасиеттерінің стандарттық үлгілері. Қолдануға рұқсат ету тәртібі. Негізгі ережелер.

ҚР СТ ГОСТ Р 51592-2003 Су. Сынамаларды іріктеуге қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық шыны өлшеу ыдысы. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

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

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен анықтығы).

ГОСТ 11125-84 Тазалығы ерекше азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14261-77 Тазалығы ерекше тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14919-83 Электрплиталар, электр плиткалар және тұрмыстық қуыру электр шкафтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыстар мен жабдықтар. Типтері, негізгі параметрлер мен өлшемдер.

ГОСТ 29169-91 Зертханалық шыны ыдыстар. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227-91 Зертханалық шыны ыдыстар. Градуирленген тамшуыр. Жалпы талаптар.

ГОСТ 12.0.004-90 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Еңбек қауіпсіздігін оқытуды ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ 12.1.004-91 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Өрт қауіпсіздігі. Жалпы талаптар.

ГОСТ 12.1.005-88 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Жұмыс аймағы аймағына қойылатын жалпы санитарлық – гигиеналық талаптар.

ГОСТ 12.1.007-76 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Зиянды заттар. Жіктеу және жалпы талаптар.

ГОСТ 12.1.019-79 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Жалпы талаптар және түрлер номенклатурасы.

ГОСТ 12.4.009-83 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Объектілерді қорғауға арналған өрт сөндіру техникасы. Негізгі түрлер.

ГОСТ 17.1.5.05-85 Табиғатты қорғау. Гидросфера. Беттік және теңіз сулар және атмосфералық тұнба сынамаларын іріктеуге қойылатын жалпы талаптар.

Ескертпе. Осы стандарты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Қазақстан Республикасы стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттардың көрсеткіші», «Стандарттау бойынша мемлекетаралық нормативтік құжаттар көрсеткіші» жыл сайын жарық көретін ақпараттық көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарияланған тиісті ай сайын жарық көретін ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың қолданылуын тексеру керек. Егер сілтеме құжат ауыстырылған (өзгертілген) жағдайда, онда сілтеме берілген ережеде осы сілтеме жатпайтын бөлігінде қолданылады. Егер сілтеме құжат ауыстырылмай алынып тасталған жағдайда, онда сілтеме берілген ережеде осы сілтеме жатпайтын бөлігінде қолданылады.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта [1] және ҚР СТ 2.1 сәйкес терминдер қолданылады

4 Қателік және оның құрауыштарының алдын ала жазылған сипаттамалары

Осы стандарт 2-кестеде келтірілген мәндерден аспайтын қателікпен өлшеу нәтижелерінің алуы қамтамасыз етіледі.

Әдістеме дәлдігінің көрсеткіш мәні:

- зертхана берген өлшеу нәтижелерін рәсімдеу;
- зертханада сынақ өткізу сапасын бағалау;
- нақты зертханада өлшемдерді орындау әдістемесін іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерін пайдалану мүмкіндігін бағалау кезінде пайдаланылады.

2-кесте. Қайталанғыштық, өнімділік және дәлдік көрсеткішінің мәндері

Өлшеу ауқымы, мг/дм^3	σ_r, %	σ_R, %	$\pm\delta$, %	$\pm\delta_{\bar{X}}$, %
Барий, бериллий, ванадий, кадмий, кобальт, литий, марганец, молибден, күшән, никель, қорғасын, күміс, стронций, хром				
0,0001 бастап 0,001 дейін қоса	14	20	40	34
0,001 бастап 0,01 дейін қоса	10	15	30	26
0,01 бастап 0,1 дейін қоса	8	12	24	20
0,1 жоғары	6	10	20	16
Мыс, селен				
0,0005 бастап 0,005 дейін қоса	17	25	50	42
0,005 бастап 0,05 дейін қоса	12	17	34	30
0,05 жоғары	6	10	20	16
Алюминий, темір, қалайы, титан				
0,02 бастап 0,1 дейін қоса	10	15	30	26
0,1 жоғары	6	10	20	16
Мырыш				
0,005 бастап 0,05 дейін қоса	15	20	40	34
0,05 бастап 0,5 дейін қоса	10	14	28	24
0,5 жоғары	6	10	20	16

1-ескертпе. Көрсеткіштердің белгіленген мәндері 1-кестеге сәйкес осы элемент үшін өлшеу ауқымына жатады.

2-ескертпе. σ_r - қайталанғыштық көрсеткіші (қайталанғыштың орташа квадраттық ауытқуының салыстырмалы мәні),

σ_R - өнімділік көрсеткіші (өнімділіктің орташа квадраттық ауытқуының салыстырмалы мәні), $\pm\delta$ – дәлдік көрсеткіші (n=1 параллель анықтама нәтижесінде P=0,95 ықтимал кезінде салыстырмалы қателік шекаралары және) $\pm\delta_{\bar{X}}$ – дәлдік көрсеткіші (n=2 параллель анықтама нәтижесінде P=0,95 ықтимал кезінде салыстырмалы қателік шекаралары).

5 Өлшеу құралдары, қосалқы құрылғылар, реактивтер мен материалдар

5.1 Өлшеу құралдары

Атомды-абсорбциялық спектрометр, мысалы, өлшеу ауқымы 190 нм бастап 400 нм дейін.

Өлшеу құтылар 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-25-2, 2-500-2 ГОСТ 1770 бойынша;

Өлшеу дәлдігі 1; 2; 5; 10 см^3 болатын 2-класты градуирленген тамшуырлар ГОСТ 29227 бойынша;

Өлшеу дәлдігі 5; 10 см^3 болатын 2-класты бір белгілі тамшуырлар ГОСТ 29169 бойынша;

Сыйымдылығы 50; 100 см^3 болатын 2-класты өлшеу цилиндрлер бір белгілі тамшуырлар ГОСТ 1770 бойынша;

Бір арналы айнымалы көлемі 5 – 50 мм^3 немесе 10 – 100 мм^3 тамшуыр дозатор, көлем өлшеу қателігі ± 2 % артық емес;

Бір арналы айнымалы көлемі 0,5 – 10 мм^3 тамшуыр дозатор, көлем өлшеу қателігі ± 2,5 % мм^3 артық емес;

Анықталатын ион ерітінді (аттестатталған мәннің қателігі ± 1 %) құрамының мемлекеттік стандарттық үлгілері (МСҮ):

алюминий (1 мг/см^3)	ГСО 7269-96 бойынша;
барий (1 мг/см^3)	ГСО 7107-94 бойынша;
бериллий (0,1 мг/см^3)	ГСО 7759-2000 бойынша;
ванадий (1 мг/см^3)	ГСО 7267-96 бойынша;
темір (1 мг/см^3)	ГСО 7254-96 бойынша;
кадмий (1 мг/см^3)	ГСО 7472-98 бойынша;
кобальта (1 мг/см^3)	ГСО 7268-96 бойынша;
литий (1 мг/см^3)	ГСО 7780-2000 бойынша;
марганец (1 мг/см^3)	ГСО 7266-96 бойынша;
мыс (1 мг/см^3)	ГСО 7255-96 бойынша;
молибден (0,1 мг/см^3)	ГСО 7768-2000 бойынша;
күшьян (0,1 мг/см^3)	ГСО 7264-96-96 бойынша;
никель (1 мг/см^3)	ГСО 8001-93 бойынша;
қалайы (1 мг/см^3)	ГСО 7238-96 бойынша;
қорғасын (1 мг/см^3)	ГСО 7252-96 бойынша;
селен (1 мг/см^3)	ГСО 7340-96 бойынша;
күміс (1 мг/см^3)	ГСО 7782-2000 бойынша;
стронций (1 мг/см^3)	ГСО 7145-95 бойынша;
титан (1 мг/см^3)	ГСО 7205-95 бойынша;
хром (1 мг/см^3)	ГСО 8035-94 бойынша;
мырыш (1 мг/см^3)	ГСО 7256-96 бойынша.

1-ЕСКЕРТПЕ Метрологиялық сипаттамалары ұқсас немесе одан сапалы өлшеу құралының және стандарттық үлгілердің басқа да типтерін пайдалануға рұқсат етіледі.

Пайдаланылатын өлшеу құралдары ҚР СТ 2.21 сәйкес типін бекіту мақсатында немесе ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттау, Қазақстан Республикасы өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі тізіліміне және ҚР СТ 2.4 сәйкес салыстырып тексеруге жатады.

2-ЕСКЕРТПЕ Шет елдердің МСҮ ҚР СТ 2.79 сәйкес Қазақстан Республикасы аумағында қолдануға рұқсат етілуге тиіс.

5.2 Қосалқы құралдар мен материалдар

Иондысыздандырылған суға арналған құрылғы немесе бидистиллятор немесе тазартылған суды айдауға арналған құрал (кварц немесе шыны).

Сыйымдылығы 100 см^3 термо төзімді зертханалық стакандар ГОСТ 25336 бойынша;

Сыйымдылығы 1000 см^3 термо төзімді конус тәрізді құтылар зертханалық стакандар ГОСТ 25336 бойынша;

Тұрмыстық электр плиткасы ГОСТ 14919 бойынша;
Зертханалық құйғылар ГОСТ 25336 бойынша;
«Көк лента» күлсіздендірілетін сүзгіштер;
Тесік өлшемі 0,45 мкм мембраналық сүзгіштер;
Индикаторлық әмбебап қағаз;
Өлшемдерді орындау үшін химиялық ыдыстарды дайындау тәртібі А қосымшасында келтірілген.

5.3 Реактивтер

Екі рет тазартылған немесе ионсыздандырылған су.
Азот қышқылы;
Азот қышқылы ГОСТ 11125 бойынша;
Сутек тотығы (30 %);
Азот қышқылы, х.т. ГОСТ 4461 бойынша;
Күкірт қышқылы, х.т. ГОСТ 4204 бойынша;
Тұз қышқылы, ос.т. ГОСТ 14261 бойынша;
Палладий нитраты;
Магний нитраты.

Ескертпе. Біліктілігі аталғандардан төмен емес басқа да нормативтік техникалық құжаттама бойынша дайындалған химиялық реактивтерді дайындауға рұқсат етіледі.

5.4 Ерітінділерді дайындау

Барлық ерітінділер екі рет тазартылған (ионсыздандырылған) суда дайындалады. Су сапасы 10.5 бойынша тексеріледі.

5.4.1 Азот қышқылының ерітіндісі, көлемдік үлесі 3 %

Өлшегіш құтыда 300-400 $см^3$ екі рет тазартылған (ионсыздандырылған) су құйылады, араластыру кезінде 30 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы құйылады, 1000 $см^3$ дейін екі рет су құйылып араластырылады. Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі 3 ай.

Әрбір пайдалану алдында ерітінді сапасы 100.5 бойынша тексеріледі.

5.4.2 Палладий нитрат ерітіндісі, массалық концентрация 0,5 $г/дм^3$

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыда 1,25 $см^3$ бастапқы реактив ерітіндісі құйылады (массалық концентрациясы 10 $г/дм^3$) және белгіге дейін екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі 6 ай.

5.4.3 Магний нитрат ерітіндісі, массалық концентрация 0,5 $г/дм^3$

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыда 1,25 $см^3$ бастапқы реактив ерітіндісі құйылады (массалық концентрациясы 10 $г/дм^3$) және белгіге дейін екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі 6 ай.

5.4.4 Магний нитрат ерітіндісі, массалық концентрациясы 0,01 $г/дм^3$

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыда массалық концентрациясы 0,5 $г/дм^3$ 5.4.3 бойынша дайындалған 0,5 $см^3$ магний нитрат ерітіндісі құйылады, белгіге дейін екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі 1 ай.

5.4.5 Палладий нитраты-магний нитраты араласқан ерітіндісі, массалық концентрация 0,5 $г/дм^3$ бойынша

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыда 1,25 $см^3$ бастапқы реактив ерітіндісі құйылады (массалық концентрациясы 10 $г/дм^3$) және белгіге дейін екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі 6 ай.

Ескертпе. Тұтынуына байланысты өзге де ерітінді көлемін дайындауға рұқсат етіледі.

5.4.6 Массалық концентрациясы 100 $мг/дм^3$ жұмыс ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 50 $см^3$ өлшегіш құтыға тиісті ион ерітіндісі құрамының 5 $см^3$ МСҮ тамшуыр көмегімен құйылады, 5.4.1 бойынша 3 % азот қышқыл ерітіндісімен белгіге дейін апарып араластырады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтауға төзімді ерітінді 3 ай.

Ескертпе. Осы концентрация ертіндісінің бериллий, молибден және күшән жағдайында дайындалмайды, себебі 0,1 $мг/см^3$ массалық концентрация бериллий, молибден және күшән ертіндісі МСҮ пайдаланады.

5.4.7 Массалық концентрациясы 1 $мг/дм^3$ жұмыс ерітінділері элементтерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға тиісті ион ерітіндісі құрамының 5.4.6 бойынша дайындалған (немесе бериллий, молибден, күшән ерітіндісі 1 $см^3$ МСҮ) 1 $см^3$ жұмыс ерітіндісі құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтауға төзімді ерітінді 1 апта.

5.4.8 Массалық концентрациясы 100 $мкг/дм^3$ элементтері градуирлеу ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға тиісті ион ерітіндісі құрамының 5.4.7 бойынша дайындалған (немесе бериллий, молибден, күшән ерітіндісі 1 $см^3$ МСҮ) 10 $см^3$ жұмыс ерітіндісі құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады. Ерітінді жаңадан дайындалған күйінде пайдаланылады.

5.4.9 Массалық концентрациясы 50 $мкг/дм^3$ элементтерінің градуирлеу ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға тиісті ион ерітіндісі құрамының 5.4.7 бойынша дайындалған 5 $см^3$ жұмыс ерітіндісі құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады. Ерітінді жаңадан дайындалған күйінде пайдаланылады.

5.4.10 Массалық концентрациясы 20 мкг/$дм^3$ элементтерінің градуирлеу ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға тиісті ион ерітіндісі құрамының 5.4.7 бойынша дайындалған 2 $см^3$ жұмыс ерітіндісі құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады. Ерітінді жаңадан дайындалған күйінде пайдаланылады.

5.4.11 Массалық концентрациясы 10 мкг/$дм^3$ элементтерінің градуирлеу ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға тиісті ион ерітіндісі құрамының 5.4.7 бойынша дайындалған 1 $см^3$ жұмыс ерітіндісі құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады. Ерітінді жаңадан дайындалған күйінде пайдаланылады.

5.4.12 Массалық концентрациясы 5 мкг/$дм^3$ элементтерінің градуирлеу ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға 5.4.8 бойынша дайындалған массалық концентрациясы 100 мкг/$дм^3$ жұмыс ерітіндісі тиісті ион 5 $см^3$ ерітіндісі тамшуыр көмегімен құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады. Ерітінді жаңадан дайындалған күйінде пайдаланылады.

5.4.13 Массалық концентрациясы 1 мкг/$дм^3$ элементтерінің градуирлеу ерітінділерін дайындау

Сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға 5.4.8 бойынша дайындалған массалық концентрациясы 100 мкг/$дм^3$ жұмыс ерітіндісі тиісті ион 1 $см^3$ ерітіндісі тамшуыр көмегімен құйылады, 3 % азот қышқылы ерітіндісімен 5.4.1 бойынша белгіге дейін апарып араластырады. Ерітінді жаңадан дайындалған күйінде пайдаланылады.

6 Өлшеу әдісі

Әдіс атомды-абсорбциялық спектрометрдің графиттік кюветте атомдық будың қабаты арқылы өтуі кезінде пайда болатын жарықтың резонанстық сіңуді өлшеуге негізделген. Элементтердің құрамы интегралдық аналитикалық сигнал шамасымен анықталады және алдын ала белгіленген градуирлеу сипаттамасы бойынша есептеледі

7 Персонал біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшемдерді орындауға және олардың нәтижесін өңдеуге өлшем нәтижелерінің сапасын бақылау процедураларын орындау кезінде қанағатты

нәтиже көрсететін және жаттығу процесіндегі әдістерді меңгерген тиісті нұсқаудан өткен, химиялық зертханада жұмыс өтілі бар және жоғары немесе орта арнайы химик мамандығы бар маманға рұқсат етіледі.

8 Қауіпсіздік талаптары

Өлшемдерді орындау кезінде ГОСТ 12.1.007 бойынша химиялық реактивтермен жұмыс кезінде техника қауіпсіздігі талаптарын, ГОСТ 12.1.019 бойынша электр қондырғыларымен жұмыс кезінде техника қауіпсіздігі талаптарын, атомды-абсорбциялық спектрометрге арналған техникалық құжаттамада көрсетілген талаптарды сақтау керек.

Ғимарат ГОСТ 12.1.004 бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына және ГОСТ 12.4.009 өрт сөндіру құралдарына сәйкес келуге тиіс. Ауадағы зиянды заттардың құрамы ГОСТ 12.1.005 бойынша рұқсат етілетін мәндерден аспауға тиіс.

Жұмыскерлерді еңбек қауіпсіздігіне оқытуды ұйымдастыру ГОСТ 12.0.004 бойынша.

9 Өлшемдерді орындау шарттары

9.1 Өлшемдерді орындау кезінде мына қалыпты жағдайлар сақталуға тиіс:

- қоршаған ортаның температурасы, °С	20 ± 5
- салыстырмалы ылғалдығы, %	80 артық емес
- атмосфералық қысым, кПа	84 бастап 106,7 дейін

10 Өлшемдерді орындауға дайындау

Өлшемдерді орындауға дайындау кезінде мына жұмыстарды өткізуге тиіс:

Сынамаларды іріктеу, конверциялау және дайындау, жұмысқа спектрометрді дайындау, өлшемдерді өткізу шарттарын таңдау, гарфиттік кюветаны дайындау, 5.4.1 бойынша азот қышқылының ерітіндісі және екі рет тазартылған (йонсызданды рылған) су сапасын тексеру және спектрометр градуирлеу.

10.1 Сынамаларды іріктеу және консервациялау

Сынамаларды іріктеуге қойылатын жалпы талаптар ҚР СТ ГОСТ Р 51592 бойынша. Табиғи су сынамаларды іріктеу ГОСТ 17.1.5.05 бойынша, ағынды су [2] бойынша өндіріледі.

Іріктелетін сынама көлемі кемінде 250 $см^3$ құрайды. Су сынамалары А қосымшасына сәйкес дайындалған таза полиэтилен немесе фторопласт бөтелкеде және алдын ала шайылған іріктелген сумен іріктеледі.

Сынама элементтерінің ерітілген нысандарын анықтау кезінде сүзгіштің (10-20 $см^3$) алғашқы порциясын шығара отырып, тесігі 0,45 мкм («көк лента» қағаз сүзгіштерін пайдалануға рұқсат етіледі) мембраналық сүзгіш арқылы іріктеу орнында сүзеді.

Сүзгіш 1 $дм^3$ суда қышқылының 3 $см^3$ есебінен концентрацияланған азот қышқылы қышқылданады және pH мәні бақыланады.

Егер pH мәні 2 артатын болса (әмбебап индикатор бойынша бақылау), онда pH ≤ 2 мәніне жеткенге дейін азот қышқылын қосу жалғасады.

Элементтер формасы қосындысын анықтау кезінде (ерітілген және өлшенген, білікті құрамы) сүзілмеген сынама 1 $дм^3$ суда қышқылының 3 $см^3$ есебінен концентрацияланған азот қышқылы қышқылданады (сынаманы іріктеу орнында және pH мәні бақыланады. Егер pH мәні 2 артатын болса (әмбебап индикатор бойынша бақылау), онда pH ≤ 2 мәніне жеткенге дейін азот қышқылын қосу жалғасады.

Жеке сынаманың қалайыны анықтау қажеттілігі кезінде 1 $дм^3$ суда қышқылының 3 $см^3$ есебінен концентрацияланған тұз қышқылы қышқылданады

Алюминий құрамын анықтау кезінде тұз қышқылымен сынаманы консервациялауға рұқсат етіледі.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған консервацияланған ыдыста сақтау мерзімі 1 ай.

Ескертпе. Сүзгіштер 5.4.1 бойынша азот қышқылы ерітіндісімен бірнеше рет алдын ала шаю қажет және 10.5 бойынша сүзгіште анықталатын элементтің концентрациясын бақылау керек.

10.2 Сынамаларды талдауға дайындау

Сынаманың екі аликвоталық порциядық бір уақытта дайындалады. Табиғи және ағынды судағы элементтің білікті құрамын анықтау кезінде консервацияланған сынамалар мұқият араластырылады (кемінде 3 мин), содан соң көлемі 50 $см^3$ болатын екі аликвоталық порция өлшегіш цилиндрмен іріктеледі.

Әрбір аликвота сыйымдылығы 100 $см^3$ термо төзімді стақанға құйылады және 2,5 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы және 1,5 $см^3$ сутек тотығы қосылады. Қайнатпай екі сағат бойы плиткада қыздырады (ерітінді бұл ретте көлемі 20 $см^3$ болғанға дейін буланады).

Буланған сынамалар сыйымдылығы 50 $см^3$ болатын өлшегіш құтыға құйылады, сол құтыдағы екі рет тазартылған сумен стақандар шайылады және құтыдағы ерітінді белгіге дейін екі рет тазартылған сумен жеткізеді.

Құты ішіндегісі араластырылады және алдын ала шаю арқылы сүзіледі және «көк лента» сүзгіші тазалығына бақыланған немесе сүзгіштің бірінші порциясына (10 $см^3$) шығара отырып, мембраналық сүзгіштер (10.1 сілтеме) арқылы сүзіледі.

Дайындалған сынамалар полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі 5 күннен артық емес.

Табиғи және ағынды судағы элементтің білікті құрамын анықтау кезінде өте жоғары жиілікті минерализатор пайдалануымен сынамаларды қышқылды өңдеу өткізуді рұқсат етіледі (Б қосымшасы).

Өте жоғары жиілікті минерализаторды пайдалану кезінде дайындаушының нұсқаулығымен басшылық етеді.

Егер табиғи судың консервацияланған сынамасында көзге көрінетін тұнбалар немесе өлшемдер болмаса, осы тармаққа сәйкес оның дайындығын өткізбеуге рұқсат етіледі, ал өлшемдер 11.1 сәйкес тікелей өткізуге болады.

Егер өлшеу нәтижелерінің салыстырмалы орташа квадраттық ауытқу (ОКА) 6 % аспайтын болса, онда өлшеу нәтижелері нақты деп саналады. Кері жағдайда жоғарыда сипатталған сияқты сынаманың екі аликвоталық порциясы өңдеуді өткізу керек.

Элементтердің ерітілген нысанының массалық концентрациясын анықтау кезінде 10.1 сынама бойынша сүзілген және консервацияланған тікелей талдауды өткізеді.

10.3 Бос сынаманы дайындау

Бос сынаманы элементтердің білікті құрамын анықтау кезінде жұмысшы сынамалардың әрбір топтамаларымен бір уақытта талданады.

Кемінде екі параллель бос сынамаларды былай дайындайды: сыйымдылығы 50 $см^3$ өлшегіш құтыға 2,5 $см^3$ концентрациялаған азот қышқылы және сынамаларды талдауға дайындау кезінде пайдаланылатын 1,5 $см^3$ сутек тотығын енгізеді, ерітінді белгіге дейін екі рет тазартылған (ионсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырады.

10.4 Графиттік кюветаны дайындау

Кез келген өлшемдерді орындау алдында «бос атомдау» өткізу керек, яғни, атомизатордың графиттік кюветінде сынама өткізбей өлшемдердің 3-кесте) таңдалған параметрлері кезінде атомдау процесінің барлық процедурасын іске асырады.

Элементпен анықталатын кюветаның ластануы жоқ екенін көз жеткізу қажет, ластану бар болса, оны алып тастау керек.

Ластауды жою үшін «бос атомдау» процедурасы, яғни кюветаның күюі» бірнеше рет өткізуі мүмкін.

Егер аналитикалық сигналдың мәндері кювета ОКА 5 өлшемдер үшін 6 % аспайтын жағдайда мәндерден жоғары көрсетілгендерге шығыс бос сигналдың артуы рұқсат етілетіндер үшін барий және стронцийлерді есептемегенде барлық элементтер үшін 0,005 аспайтын жағдайда таза деп саналады.

10.5 Екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) су және азот қышқылы ерітіндісінің сапасын бақылау

Жұмыс бастау алдында екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) су және азот қышқылы ерітіндісінің сапасы тексеріледі. Ол үшін градуирлеу сипаттамалары үшін белгіленгендер үшін 11.1 сәйкес анықталатын элементтердің массалық концентрациясы өлшенеді.

Су сапасы (азот қышқылы ерітіндісі) егер 40 $мм^3$ енгізу кезінде элементтің массалық концентрациясының өлшенген мәні градуирлеу ерітіндінің массалық

концентрациясы мәнінің 4-кестеде келтіргендердің 5 % аспайтын жағдайда, қанағатты деп саналады.

Егер зертханада осы элемент үшін градуирлеу сипаттамасы белгіленбеген жағдайда, онда дайындаушы – фирмада белгіленген градуирлеу сипаттамасы пайдаланылады. Градуирлеу сипаттамасында болмаған кезде судың бірдей көлемінен (азот қышқылы ерітіндісі) және 0,05 аспауға тиіс градуирлеу ерітіндісінен (мысалы, 20 мм^3) аналитикалық сигналдардың қатынасы болады.

10.6 Спектрометрді градуирлеу

Спектрометрді градуирлеу сипаттамасы элемент массасынан аналитикалық сигнал тәуелділігін білдіреді.

10.4 бойынша дайындаған атомизатордың графиттік кюветасын 5.4.7 - 5.4.13 сәйкес дайындалған тиісті элементтің 10, 20, 40 мм^3 градуирлеу ерітіндісін автосемплер көмегімен немесе тікелей дозатормен енгізеді.

Әрбір элемент үшін градуирлеу ерітіндісінің массалық концентрациясының ұсынылатын мәндері 4-кестеде көрсетілген.

Мырыш үшін градуирлеу сипаттамасын белгілеу кезінде (толқынның жұмыс ұзындығы 213,9 нм) В қосымшасын басшылыққа алады.

Сынамаларды талдау және градуирлеу кезінде әрбір элемент үшін атомдау процесінің әр түрлі сатысын өткізудің ұсынылатын параметрлері 3-кестеде келтірілген. Седен, күшән және қалайы үшін міндетті түрде енгізіледі.

3-кесте. Талдауды өткізу шарттары

Элемент	Толқын ұзындығы, нм	Кептіру		Пиролиз 1		Пиролиз 2*		Атомдау		Тазалау	
		Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура, , °С	Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура, °С
Al**	257,4	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2600	2,0	2750
Ba	553,6	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2650	2,0	2800
Be Be	234,9	40	120	20-30	700 700	—	—	1,5	2800 2600	2,0	2850 2700
V	318,4	40	120	20-30	700	—	—	1.5	2800	2,0	2850
Fe	372	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2400	2,0	2550
Cd	228,8	40	120	20-30	400	—	—	1.5	1300	2,0	1500
Co	240,7	40	120	20-30	500	—	—	1.5	2450	2,0	2600
Li	670,8	40	120	20-30	600	—	—	1.5	2450	2.0	2600
Mn	279,5	40	120	20-30	500	—	—	1.5	2100	2,0	2400

3-кесте (*жалғасы*)

Элемент	Толқын ұзындығы, нм	Кептіру		Пиролиз 1		Пиролиз 2*		Атомдау		Тазалау	
		Уақыт, с	Температура,°С	Уақыт, с	Температура,°С	Уақыт, с	Температура, , °С	Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура,°С
Си	324,7	40	120	20-30	500	—	—	1.5	2100	2,0	2400
Mo	313,3	40	120	20-30	700	—	—	1.5	2800	2.0	2850
As	193,7	40	120	20-30	600	—	—	1.5	2750	2,0	2800
Ni	232,0	40	120	20-30	600	—	—	1,5	2650	2,0	2750
Sn	286,3	40	120	20-30	600	—	—	1,5	2700	2,0	2850
Pb **Pb**	283.3	40	120	20-30		—	—	1,5	2450 1700	2,0	2700 1900
Se	196,1	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2600	20	2800
Ag **Ag**	328,1	40	120	20-30	500 500	—	—	1,5	2200 1800	2,0	2000
Sr	460,7	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2600	2,0	2800
Ti	364,3	40	120	20-30	600	—	—	1.5	2830	2,0	2900
Cr	357,9	40	120	20-30	600	—	—	1,5	2550	2,0	2700
Zn	307,6 213,9	40	120	20-30	400	—	—	1,5	1500	2,0	1700

* Пиролиз 2 қажеттілік кезінде өткізіледі (егер 11.1 бойынша нәтижелердің анықтығы расталмаса). Пиролиз 2 ұсынылатын шарттары: уақыты 5 с, температурасы 1000-1200 °С.
** 257,4 линияда алюминиймен жұмыс істеу кезінде 18 мА сәулелену көзінің жұмыс тогын белгілеу керек (спектрометрді пайдалану бойынша нұсқаулық).

Градуирлеу ерітіндісінің ұсынылатын көлемінің әрқайсысын 5 реттен графиттік кюветаға жүйелеп енгізеді және спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, аналитикалық сигнал шамасын өлшейді. Содан кейін барлық енгізулер үшін сигналдың орташа арифметикалық мәні және оның 6 % аспауға тиіс ОКА есептеледі. Егер осы шарт сақталмаса, онда тұрақсыздық себебі анықталып жойылуға тиіс және градуирлеу ерітіндісін қайта енгізу керек. Аналитикалық сигнал ретінде «нөлдік» нүктесі (тиісті элементтің массасы нөлге тең) графиттік кюветаның 10.4 бойынша күйдірілген сигналы алынады.

4-кесте. Градуирлеу сипаттамасын құру үшін ерітінділердің массалық концентрациясының ұсынылатын мәндері

Элемент	Градуирлеу ерітіндісінің массалық концентрациясы, г/дм^3
Cd, Li, Be, Sr	1
Ag, Cr, Mn	5
As, Co, Cu, Mo, Ni, Pb, V	10
Se	20
Ba, Sn	50
Al, Ti, Fe (372,0 нм)	100
Zn (307,6 нм)	1000

Графиттік кюветаға енгізілген элемент массасы (М, пг) (1) формула бойынша есептеледі:

$$M = C \cdot V, \quad (1)$$

мұндағы С - градуирлеу ерітіндісінің массалық концентрациясы, мкг/дм^3;

V – кюветаға енгізілген градуирлеу ерітіндісінің көлемі, мм^3.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдаланып, градуирлеу сипаттамасы белгіленеді.

10.7 Градуирлеу ерітіндісінің қабылдағыштығын тексеру

Градуирлеу ерітіндісінің қабылдағыштығын тексеру 10.6 бойынша құрғаннан кейін тікелей өткізіледі. Оны өткізу алдында 10.4 бойынша графиттік кюветаны күйдіру керек. Тексеру градуирлеу кезінде пайдаланылған 15; 20 немесе 25 мм3 ерітіндісін енгізу кезінде анықталатын элементтің массалық концентрациясын өлшеуде тұрады.

Ерітіндінің таңдалған көлемі кемінде үш рет графиттік кюветаға енгізу керек.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалану арқылы барлық өлшемдер үшін массалық концентрация орташа мәні және алынған мәні салыстырмалы ОКА есептеледі. Градуирлеу сипаттамасы, егер:

- ОКА мәні 6 % аспаса;

- нақты мәнінен тиісті элементтің массалық концентрациясының орташа арифметикалық мәнінің ауытқуы (4-кесте) 12 % аспаса, қабылданбалы деп танылады.

10.8 Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау

Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау спектрометрде жұмысты бастау алдында және әрбір 15 -20 өлшеуден кейін өткізіледі.

Бақылау үшін үлгі ретінде 4-кестеде келтірілген массалық концентрация элементінің ерітіндісі пайдаланылады. Дозаланатын көлемдегі элементтің

массасы градуирлеу сипаттамасының ауқымына сәйкес келетін жағдайда басқа да концентрация ерітінділерін пайдалануға рұқсат етіледі.

Бақылауға арналған 10 мм^3 - 40 мм^3 дейінгі үлгіні атомизатордың графиттік кюветаға кемінде үш рет енгізеді және жұмыстың таңдалған режиміне сәйкес элементтің массалық концентрация мәндерін өлшейді (3-кесте).

ОКА алынған мәндері 6 % аспауға тиіс. Градуирлеу сипаттамасы егер орташа арифметикалық мәнінің ауытқуы бақылауға арналған үлгідегі нақты мәнінің концентрациясы 15 % аспайтын жағдайда, тұрақты деп саналады.

Осы жағдайда градуирлеу сипаттамасы сынамаларды бұдан әрі өлшеуді өткізу үшін пайдаланылуы мүмкін. Кері жағдайда градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығының бұзылуына әкелетін себептер табылады (ерітінді дайындауда қате, графиттік кюветаның жұмысқа қабілеттілігін ресурсты пайдалану), оларды жояды және 10.6 бойынша спектрометрдің градуирлеуін өткізеді.

Тұрақтылығын алдыңғы бақылаудан кейін алынған нәтижелер күмәнді деп саналады, осы кезеңде өткізген сынама өлшемдері қайталанады.

Ескертпе. Зертхана осы тармақта келтірген мәндерден аспайтын жағдайда градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау және қабылдағыштығын тексеру кезінде пайдаланылатын нормативтердің меншікті мәндерін белгілеуге құқылы.

11 Өлшемдерді орындау

11.1 Сынамада анықталатын элементтің массалық концентрациясын өлшеу

Талдау 10.2 бойынша дайындалған сынама өтеді. Өлшемдерді өткізу тәртібі 10.4 бойынша бағалау және графиттік кюветаны міндетті түрде алдын ала күйдірумен спектрометрді пайдалану бойынша басшылыққа сәйкес іске асырылады.

Талдау сынаманың (10 мм^3) минималды ықтимал көлемінің графиттік кюветаға енгізуден басталады. Аналитикалық сигналдың алынған шамасына байланысты былай келіп түседі:

- егер сигнал шамасы (бірінші градуирлеу нүктесінен сигнал шамасының жартысынан кем), онда 40 мм^3 артық емес, дозаланатын сынаманың көлемі артады;

- егер концентрация мәндер орнында нәтижелер терезесінде «> калибр.» немесе «түзетілген мәні» белгісі пайда болатын жағдайда, онда сынама 10 мм^3 бастап 40 мм^3 дейін дозалау кезінде сұйытылған сынама сигналы градуирлеу сипаттамасы ауқымының ортасына сәйкес келетіндей сұйытылады. Сұйылту коэффициенті (2) формула бойынша есептеледі:

$$Q = \frac{V\hat{e}}{V\grave{a}} \qquad (2)$$

Мұндағы V_k – сұйытылған сынаманың көлемі, см^3;

V_a – сұйылту үшін алынған бастапқы сынаманың аликвоталық порциясы, $см^3$.

Дайындалған сынаманың таңдалған көлемі (бастапқы немесе сұйытылған) графиттік кюветаға кемінде үш рет дозалайды және элементтің массалық концентрациясын өлшейді.

Программалық қамтамасыз ету көмегімен алынған концентрацияның орташа арифметикалық мәнін және оның салыстырмалы ОКА мәнін табады.

Сынамадағы нақты элементтің массалық концентрациясын анықтау кезінде және градуирлеу кезінде талдауды өткізу шарттары сәйкес келуге тиіс.

Алынған нәтижелер, егер ОКА шамасы 6 % артпайтын жағдайда, қабылданбалы деп саналады. Мыс және молибден (массасы кемінде 5: пг) селен (массасы кемінде 100 пг) ОКА жоғары мәндері рұқсат етіледі (15 % дейін).

Сынаманың матрицалық эффектілері болуы ықтимал кезінде алынған нәтижелердің анықтығы қоспаларды енгізу арқылы растау керек.

Процедура мынадай: таңдалған көле сынамасын кюветаға енгізеді және «сынаманы кептіру» операциясы аяқтау алдында «Esc» батырмасын басу арқылы үзетін атомдау процесінің процедурасын іске қосады.

Бұдан әрі кюветаға аналитикалық сигнал градуирлеу сипаттамасы ауқымы шеңберінде 1,5 – 2 есе қалдыра отырып артатындай белгілі бір концентрация (мысалы, градуирлеу) элементі ерітіндісінің осындай көлемін енгізеді.

Атомдау процесінің процедурасын тағыда іске қосады және оы толығымен өткізіледі.

Кемінде үш рет қоспалы өлшемдерді қайталайды, элемент массасының арифметикалық мәнін табады.

Элемент массасының күтілетін мәні енгізілген сынама көлемінде болатын элемент массасы мен енгізілген қоспа көлеміндегі элемент массасы (пг) қосындысын білдіреді. Егер элемент массасының өлшенген мәні мен күтілетін мәні арасындағы айырмашылығы күтілетін мәнінен 15 % артпайтын жағдайда, онда сынама талдауының нәтижесі расталған деп танылады. Егер осы шарт орындалмайтын жағдайда, онда сұйылтау еселігін арттыру немесе сынаманы талдау шарттарын түзету (мысалы, 2 пиролиз сатысын енгізу, модификатор немесе Львов платформалы графиттік кюветада пайдалану) керек.

Львов платформалы кюветаны пайдалану кезінде 3-кестеде көрссетілгендерден 200-250 °С жоғары анықталатын элементті атомдау және тазалау температурасын белгілеу керек.

5-кесте. Модификаторды енгізу

Элемент	Модификатор	Концентрация, г/дм^3	Көлемі, мм^3	Енгізу тәсілі
AI	$Mg(N0_3)_2$	0,1	10	1,2
Be	$Pd(N0_3)_2$+ $Mg(N0_3)_2$	по 0,5	10	1,2
Fe	$Mg(NO_3)_2$	0.O1	10	1,2
Cd	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
As	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Sn	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Pb	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Se	$Pd(N0_3)$	0,5	10	1,2
Ag	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Zn	$Mg(NO_3)_2$	0,01	10	1,2
1-тәсіл. Модификатор және сынаманы кюветаға тікелей жүйелі енгізу (модификатор және сынаманың жиынтық көлемі 40 мм^3 аспауға тиіс) 2-тәсіл. Модификатор градуирлеу ерітіндісіне/сынаманы енгізу. 1 см^3 градуирлеу ерітіндісі/сынама 20 мм^3 модификатор бастапқы ерітіндісі 10 г/дм^3 массалық концентрациялық ерітіндісі				

Егер сынамаларды талдау кезінде Львов платформалы кювета және / немесе модификатор қолдануға қажеттілігі анықталатын жағдайда, онда осы шарттар үшін градуирлеу сипаттамасы тағы да белгіленеді.

5-кестеде модификаторлар мен олармен жұмыс істеу тәсілдерінің пайдаланылуы қажет етілетін элементтердің үлгілік тізімі келтірген.

Ескертпе. Қоспа әдісінің іске асырудың басқа да тәсілдерін қолдануға рұқсат етіледі, әсіресе, сынаманы графиттік кюветаға және енгізілген сынама және қоспаның жиынтық көлемі 40 мм^3 аспайтын жағдайда алғашқы енгізуден кейін кептірмей жүйелі енгізуге болады.

11.2 Бос сынамадағы анықталатын элементтің мөлшерін өлшеу

10.3 бойынша дайындалған әрбір бос сынамада элемнеттің массалық концентрациясын анықтау сынама талданатын сол жағдайда және сол сұйылту арқылы кемінде үш рет 11.1 сәйкес өткізіледі.

Атомизатордың графиттік кюветасына енгізілетін бос сынманың көлемі 40 мм^3 құрайды. Спектрометрдегі программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, алынған мәндердің арифметикалық орташа мәні есептеледі.

Содан соң екі бос сынама үшін орташа арифметикалық мәні табылады және бос сынамадағы элементтің массалық концентрациясының өлшем нәтижесі ретінде ол қабылданады. 2-кестеге келтірілген көрсеткіш мәндеріне сәйкес өлшеу дәлдігін қамтамасыз ету үшін бос сынамадағы элементтің массалық концентрациясы өлшеу ауқымының төменгі мәнінен 30 % артпайтындай етіп жеткізу керек (1-кесте). Кері жағдайда ластану көзін тауып жою керек, бос сынаманы 10.3 бойынша қайта дайындау және оны талдау керек.

1-ЕСКЕРТПЕ Бос сынама мәнін бұдан әрі төмендету мүмкін болмаған кезде (реактивтер, су, ыдыс, зертханалық ғимараттың жеткіліксіз тазалығы) зертхана нақты жететін бос сынама оның төменгі шекарасынан 30 % аспайтындай етіп өлшеу ауқымын шектеуге тиіс.

2-ЕСКЕРТПЕ Жүйелі жұмыс кезінде мысалы бақылау картасын пайдалану арқылы анықталатын элемент бойынша бос сынама мәндерінің тұрақтылығын бақылау керек және бос сынама мәндеріне арналған қолайсыз тенденцияны қалыптастыру кезінде оперативті шаралар қабылдау керек.

3-ЕСКЕРТПЕ. Мына элементтер үшін айтарлықтай қиындықтар туындайды: алюминий, темір, мыс, мырыш (213,9 нм толқынды жұмыс ұзындығы).

12 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

Сынамадағы анықталатын элементтің массалық концентрациясы (X, мг/дм^3) (3) формула бойынша есептеледі:

$$X = (C_{пр} - C_x) \cdot Q, \qquad (3)$$

мұндағы $C_{пр}$ – 11.1 бойынша талданатын сынамадағы анықталатын элементтің массалық концентрациясы, мкг/дм^3;

C_x - 11.2 бойынша бос сынамадағы анықталатын элементтің массалық концентрациясы, мкг/дм^3; егер сынама 10.2 бойынша минералданбаған жағдайда, онда $C_x = 0$;

Q – (2) формула бойынша есептелген сұйылту коэффициенті; егер сынама сұйылтылмаса, онда Q = 1.

Егер сынаманың тек бір аликвоталық порциясы талданатын жағдайда (ерітілген нысанды анықтау немесе алдын ала сынаманы дайындамай табиғи су сынамаларын талдау), онда сынамадағы элементтің массалық концентрациясын өлшеу нәтижесі ретінде (3) формула бойынша есептелген мәндер қабылданады.

Егер екі аликвоталық сынамалар талданатын жағдайда, онда сынамадағы элементтің массалық концентрациясын өлшеу нәтижесі мына шарт орындалатын параллель анықтамалар n = 2 нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні қабылданады:

$$X_{max} - X_{min} \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r_{отн}, \qquad (4)$$

Мұндағы X_{max} - параллель анықтамалардың үлкен нәтижесі, мг/дм^3;

X_{min} - параллель анықтамалардың кіші нәтижесі, мг/дм^3;

$\overline{X}$ - параллель анықтамалардың орташа арифметикалық нәтижесі, мг/дм^3;

$r_{отн}$ – қайталану шегінің мәні (6-кесте), %.

(4) шарттар орындалмаған кезде параллель анықтамалар нәтижелерінің қабылданбалығын тексеру және ГОСТ ИСО 5725-6 (5-бөлім) сәйкес түпкілікті нәтижесін белгілеу әдістері пайдаланылуы мүмкін.

13 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

Егер сынаманың тек бір аликвотасы талданатын болса, онда оны пайдалануда қарастырылатын құжаттардағы өлшеу нәтижесі мына түрде көрсетіледі: $X \pm \Delta$, мг/дм^3, $P = 0{,}95$, мұндағы Δ - әдістеме дәлдігінің көрсеткіші:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100} \quad (5)$$

δ мәні 2-кестеде келтірілген.

6-кесте - Р = 0,95 сенімді ықтималы үшін қайталану шектерінің мәндері

Өлшем ауқымы, мг/дм^3	**Қайталану шегі (параллель анықтамалардың екі нәтижелері арасындағы рұқсат етілетін айырмашылықтың салыстырмалы мәні), r, %**
Барий, бериллий, ванадий, кадмий, кобальт, литий, марганец, молибден, күшән, никель, қорғасын, күміс, стронций, хром	
0,0001 бастап 0,001 дейін	39
0,001 бастап 0,01 дейін қоса.	28
. 0,01 бастап 0,1 дейін қоса.	22
0,1 жоғары	17
Мыс, селен	
0,0005 бастап 0,005 дейін	48
0,005 бастап 0,05 дейін қоса.	34
0,05 жоғары	17
Алюминий, темір, қалайы, титан	
0,02 бастап 0,1 дейін қоса.	28
0,1 жоғары	17
Мырыш	
0,005 бастап 0,05 дейін қоса.	42
0,05 бастап 0,5 дейін қоса.	28
0,5 жоғары	17

Ескертпе. Көрсеткіштердің белгіленген мәндері 1-кестеге сәйкес осы элменттің өлшеу ауқымына жатады.

Егер сынаманың екі аликвотасы талданатын болса, онда оны пайдалануда қарастырылатын құжаттардағы өлшеу нәтижесі мына түрде көрсетіледі: $\overline{X} \pm \Delta_{\overline{X}}$, мг/дм^3, Р = 0,95, мұндағы $\Delta_{\overline{X}}$ әдістеме дәлдігінің көрсеткіші:

$$\Delta_{\overline{X}} = \frac{\delta_{\overline{X}} \cdot \overline{X}}{100} \quad (6)$$

$\delta_{\overline{X}}$ мәні 2-кестеде келтірілген.

Зертхана берген құжаттарда өлшеу нәтижесі $A_{,,} < A$ кезінде $X + Д_л$, мг/дм^3, Р = 0,95 деп көрсетуге рұқсат етіледі, мұндағы $\pm Д_я$ – зертханада әдістемені іске асыру кезінде белгіленген және өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды қамтамасыз ететін өлшеу дәлдігінің мәні

Ескертпе. Зертхана беретін құжатта өлшеу нәтижелерін көрсету кезінде мыналарды көрсетеді:

- өлшеу нәтижелерін есептеу үшін пайдаланылатын параллель анықтама нәтижелерінің саны;

- өлшеу нәтижесін анықтау тәсілі (орташа арифметикалық мәні немесе медиан мәні).

14 Өнімділік жағдайында алынатын нәтижелердің қабылдағыштығын тексеру

Екі зертханада алынған бірлік өлшемі нәтижелерінің арасындағы айырмашылық өнімділік шегінен аспауға тиіс:

$$\left|X_{1,лаб} - X_{2,лаб}\right| \le 0{,}01 \cdot X_{ср} \cdot R \qquad (7)$$

мұндағы $X_{1,лаб}$ - бірінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$X_{2,лаб}$ - екінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$X_{ср}$ - екі зертханадағы өлшемдердің орташа арифметикалық нәтижелері, мг/дм^3;

R – өнімділік шегінің мәні (7-кесте), %.

7-кесте. P = 0,95 сенімді ықтимал үшін өнімділік шегі мен сыни айырмашылығының мәндері

Өлшеу ауқымы, мг/дм^3	**Өнімділік шегі (әр түрлі зертханада алынған екі бірлік нәтижелер арасында рұқсат етілетін айырмашылықтың салыстырмалы мәні), R, %**	**Сыни айырмашылық (әр түрлі зертханада алынған екі орташа рифметикалық өлшем нәтижелер арасында рұқсат етілетін айырмашылықтың салыстырмалы мәні), $CD_{0,95}$, %**
Барий, бериллий, ванадий, кадмий, кобальт, литий, марганец, молибден, күшән, никель, қорғасын, күміс, стронций, хром		
0,0001 бастап 0,001 дейін қоса	56	48
0,001 бастап 0,01 дейін қоса	42	36
0,01 бастап 0,1 дейін қоса	34	28
0,1 жоғары	28	22
Мыс, селен		
0005 бастап 0.005 дейін қоса	70	59
0,005 бастап 0,05 дейін қоса	48	42
0,05 жоғары	28	22
Алюминий, темір, қалайы, титан		
0,02 бастап 0,1 дейін қоса	42	36
0,1 жоғары	28	22
Мырыш		
0,005 бастап 0,05 дейін қоса	56	48
0,05 бастап 0,5 дейін қоса	39	34
0,5 жоғары	28	22
Ескертпе. Көрсеткіштердің белгіленген мәндері 1-кестеге сәйкес осы элемент үшін өлшеу ауқымына жатады.		

Егер екі зертхананың әрқайсысында параллель анықтамалардың екі нәтижесі алынатын жағдайда, онда зертханада алынған орташа арифметикалық

мәндер арасындағы айырмашылық CD_{0i95} сыни айырмашылығынан аспауға тиіс. (7-кесте):

$$\left|\overline{X}_{1,лаб} - \overline{X}_{2,лаб}\right| \le 0{,}01 \cdot \overline{X}_{ср} \cdot CD_{0,95} \qquad (8)$$

мұндағы $\overline{X}_{1,лаб}$ - бірінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$\overline{X}_{2,лаб}$ - екінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$\overline{X}_{ср}$ - екі зертханадағы өлшемдердің орташа арифметикалық нәтижелері, мг/дм^3.

(7) және (8) шарттар орындау кезінде түпкілікті өлшем ретінде олардың жалпы орташа мәні пайдаланылуы мүмкін. Өнімділік шегінің арту кезінде ГОСТ ИСО 5725-6 (5-бөлім) сәйкес өлшеу нәтижелерінің қабылдағыштығын бағалау әдістері пайдаланылуы мүмкін.

15 Зертханада әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау

Зертханада әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау:

- жеке алынған бақылау процедурасын іске асыру кезінде қателігін бағалау негізінде өлшеу процедурасын оперативті бақылау;

- қайталанғыштың орташа квадраттық ауытқу тұрақтылығын, зертхана ішілік анықтықтың орташа квадраттық ауытқу, қателігін бақылау негізінде өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылау қарастырады.

Өлшеу нәтижелерінің процедурасын оперативті бақылау $К_д$ бақылау нормативімен бақылау процедурасынан жеке алынған нәтижені салыстыру арқылы өткізіледі. Бақылауға арналған үлгілер табиғи және ағынды судың жұмысшы сынамасы болып табылады.

Бақылауға арналған іріктелген үлгілер көлемі әдістеме бойынша талдау өткізу үшін қажетті екі есе үлгіге сәйкес келуге тиіс.

$К_к$ бақылау процедурасының нәтижесі (9) формула бойынша есептеледі. :

$$К_к = |X' - X - C_д|, \qquad (9)$$

мұндағы X – жұмыс сынамасындағы элементтің массалық концентрациясын бақылау өлшеу нәтижелері (11 қарау), мг/дм^3;

X' - қоспасы белгілі сынамадағы массалық концентрациясын бақылау өлшеу нәтижелері (11 қарау), мг/дм^3;

$С_д$ – анықталатын элементтің қосу шамасы, мг/дм^3.

Қоспа шамасы бастапқы сынамадағы элементтің құрамынан 50 % бастап 150 % дейін құрауға тиіс. Қоспа көлемі сынама көлемінің 5 % аспауға тиіс. Бастапқы сынамадағы элементтің мөлшері өлшеу ауқымының төменгі шегінен кем болса, онда қоспа шамасы өлшеу ауқымының төменгі шегінен 2 – 3 есе артуға тиіс.

Қоспа шамасы ($С_д$, мг/дм^3) (10) формула бойынша есептеледі:

$$C_д = C_0 \cdot V_0 / V \qquad (10)$$

Мұндағы

C_0 – қоспаны енгізу үшін пайдаланылатын стандарттық үлгідегі элементтің массалық концентрациясы (аттестатталған қоспа), мг/дм^3;

V_0 – қоспа ретінде енгізілген стандарттық үлгінің көлемі (аттестатталған қоспа), см^3;

V – сынама көлемі, см^3.

$К_д$ бақылау нормативі (11) формула бойынша есептеледі:

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{л,X})^2 + (\Delta_{л,X'})^2} \qquad (11)$$

мұндағы $\Delta_{л,X}$ және $\Delta_{л,X}$ - жұмыс сынамасындағы және қоспалы сынамадағы элементтің құрамына сәйкес келетін әдістемені іске асыру кезінде зертханада белгіленген (P = 0,95 ықтималдығы үшін өлшемнің абсолюттік қателігінің шекаралары) өлшеу нәтижелерінің көрсеткіші, мг/дм^3.

Егер зертханада салыстырмалы қателік ($\delta_{л,X}$ және $\delta_{л,X'}$) шекарасы белгіленген болса, онда $\Delta_{л,X}$ және $\Delta_{л,X'}$ мәндері (12) және (13) формулалары бойынша есептеледі:

$$\Delta_{л,X} = 0{,}01 \cdot \delta_{л,X} \cdot X;\ \Delta_{л,X'} = 0{,}01 \cdot \delta_{л,X'} \cdot X' \qquad (12)$$

Бақылау процедурасының сапасы шарттарды орындау кезінде қанағаттандырарлық деп танылады.

$$K_к \le K_д \qquad (13)$$

Егер (13) теңсіздігі орындалмаса, онда бақылау процедурасы қайталанады. Осы шарт қайта орындалмаған жағдайда қанағатсыз нәтижеге әкелетін себептер анықталады және оларды жою бойынша шаралар қабылданады.

Өлшемдерді орындау процедурасын орындауды бақылау кезеңділігі, сондай-ақ орындалатын өлшем нәтижелерінің тұрақтылығын бақылаудың іске асырылатын процедуралары Зертхананың сапа бойынша нұсқауда регламенттеледі.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Өлшемдерді орындауға арналған химиялық ыдысты дайындау

Өлшемдерді орындау кезінде мына ережелерді басшылыққа ала отырып, химиялық ыдыс тазалығын мұқият сақтау керек. Химиялық ыдысты жуу үшін концентрацияланған азот немесе күкірт қышқылын пайдалануға болады. Жуу үшін сода, сілтінің барлық түрлерін, синтетикалық жуу құралдарының барлық түрлерін, хром қоспаларын пайдалануға тыйым салынады.

Ыдысты су өткізгіш сумен алдын ала жуады, содан соң оған азот немесе күкірт қышқылының ½ көлемін құяды және оның барлық ішкі бетін мұқият жуады, содан кейін арнайы ыдысқа құяды. Алмұрт тәрізді құрал көмегімен тамшуырмен белгіден жоғары қышқылмен толтырады. Ыдысты тазартылған сумен шайғань соң (кемінде 5 рет) оны екі рет тазартылған сумен 2-3 рет шаяды.

Әрбір ерітінді үшін талдауды өткізу кезінде өзінің тамшуырын пайдалану керек. Құты ерітіндісі таза, құрғақ стақанға құйылады және одан ерітінді тамшуырға құйылады. Ластауды болдырмау үшін ерітіндінің барлық көлеміне тамшуырды жүктеуге болмайды.

Әрбір элемент ерітінділерін дайындау үшін ыдыстың жеке жиынтықтары болуы ұсынылады.

Б қосымшасы
(ақпараттық)

Сынамадағы органикалық заттарды өте жоғары минералдау әдісімен бұзу

Органикалық заттардың бұзуы [3] бойынша жоғары жиілікті пешке қойылатын нұсқауға сәйкес өткізіледі. Көлемі 50 $см^3$ сынаманы сынаманы дайындауға арналған контейнерге қояды. Ыдыраудың тиісті алгоритмін таңдайды.

Сынаманың булануы өте жоғары жиілікті минерализаторда және концентрацияланған азот қышқылын және сутек тотығын қосқаннан кейін, 15 мин ішінде қысым ішінде органикалық заттардың бұзылуы болады. Осыдан кейін контейнерді алмай, артық қышқылдардың булануы өткізеді.

Алынған азот қышқылды ерітінді сыйымдылығы 50 $см^3$ өлшегіш құтыға мөлшерлеп құйылады және белгіге дейін екі рет тазартылған (ионсызданған) сумен сұйылтады.

Бос сынаманы дайындау үшін сынаманы дайындау үшін контейнерге ыдырау кезінде пайдаланылатын реагенттердің сол көлемі құйылады және олардың булануы өткізіледі. Осы ерітіндіден кейін контейнерден сыйымдылығы 50 $см^3$ өлшегіш құтыға екі рет тазартылған (ионсызданған) сумен тасымалданады.

В қосымшасы
(міндетті)

Мырышқа арналған градуирлеу сипаттамасын құру тәсілдері (213,9 нм толқынының жұмыс ұзындығы)

Мырышқа арналған градуирлеу сипаттамасын құру кезінде (213,9 нм толқынының жұмыс ұзындығы) екі рет тазартылған (ионсызданған) су тазалығы және 5.4.1 бойынша азот қышқылы ерітіндісіне байланысты тәсілдердің төменде сипатталғандардың бірін басшылыққа алады. Егер екі рет тазартылған (ионсызданған) су тазалығы және 5.4.1 бойынша азот қышқылы ерітіндісі сапасы 1 мкг/дм^3 массалық концентрациясы мырышының градуирлеу ерітіндісіне үшін 10.5 талаптарына сәйкес келетін болса, онда осы градуирлеу ерітіндісін пайдаланумен 8.6 бойынша градуирлеу өткізіледі. Егер 5.4.1 бойынша екі рет тазартылған (ионсызданған) су тазалығы және азот қышқылы ерітіндісі сапасы 1 мкг/дм^3 массалық концентрациясы мырышының градуирлеу ерітіндісіне үшін 10.5 талаптарына сәйкес келмейтін болса, онда 10 мкг/дм^3 мырыштың градуирлеу ерітіндісі үшін оның сәйкестігі тексеріледі, дозаланатын көлемі 5 мм^3 құрауға тиіс. Бақылаудың оң шешімі кезінде мына нұсқалар ұсынылады:

- массалық концентрациясы 10 мкг/дм^3 мырыш (5.4.11) ерітіндісін пайдалану арқылы 10.6 тармағында көрсетілген процедура бойынша градуирлеуді өткізу; бұл ретте дозаланатын ерітіндінің көлемі 2; 4; 8 мм^3 құрайды (айнымалы көлемі 0,5-10 мм^3 болатын микро дозатор қажет);
- бірнеше градуирлеу ерітінділерін дайындау, мысалы, массалық концентрациясы 5; 10; 20 мкг/дм^3 мырыш және әрбір градуирлеу ерітіндісінің бір және сол көлемін (5 мм^3) енгізу (мысалы, автосемплерді пайдалану арқылы),

5.4.1 бойынша екі рет тазартылған (ионсызданған) су тазалығы және азот қышқылы ерітіндісі сапасын бақылаудың теріс нәтижесі кезінде пайдаланылатын ыдыс тазалығына ерекше көңіл аудара отырып, ластану көзін жою керек.

Библиография

[1] «Өлшем бірлігін қамтамасыз ету туралы» Қазақстан Республикасының 2000 жылдың 07 маусымдағы № 53-II заңы

[2] ПНҚ Ф 12.15.1-08 Ағынды суларды талдауға арналған сынамаларды іріктеу бойынша әдістемелік нұсқаулар.

[3] ASTM D 5513 Standard Practice for Microwave Digestion of Industrial Furnace Feedstreams and Waste for Trace Element Analysis

ӘОЖ 389.14:006.354 **МСЖ 13.060.20**

Түйінді сөздер: атомды-абсорбциялық әдіс, электротермикалық атомдау, өлшемдерді орындау әдістемесі



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Определение содержания элементов атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

СТ РК 2318-2013

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 ООО «Люмэкс-маркетинг», г. Санкт-Петербург

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 28 августа 2013 года № 460-од

3 Настоящий стандарт разработан на основе М 01-46-2008 «Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия, бария, бериллия, ванадия, железа, кадмия, кобальта, лития, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, титана, хрома, цинка в пробах природных и сточных вод методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией «МГА - 915», разработанной ООО «Люмэкс-Маркетинг» (г. Санкт-Петербург, Российская Федерация)

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные 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

ВОДА
Определение содержания элементов атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации алюминия, бария, бериллия, ванадия, железа, кадмия, кобальта, лития, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, титана, хрома, цинка, независимо от их валентного состояния в пробах природных и сточных вод с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией.

Настоящий стандарт предназначен для определения массовой концентрации растворенных форм и/или суммы форм (растворенных и взвешенных, валового содержания) нижеперечисленных элементов в зависимости от способа пробоподготовки. Диапазон измеряемых значений массовой концентрации элементов приведен в Таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений массовой концентрации элементов в пробах воды с учетом разбавления

Элемент	Диапазон измерений, мг/дм^3
Алюминий	от 0,02 до 10 включ.
Барий	от 0,025 до 8 включ.
Бериллий	от 0,0001 до 0,005 включ.
Ванадий	от 0,01 до 1 включ.
Железо (372 нм)	от 0,05 до 10 включ.
Кадмий	от 0,0001 до 0,02 включ.
Кобальт	от 0,0005 до 10 включ.
Литий	от 0,001 до 0,3 включ.
Марганец	от 0,002 до 1 включ.
Медь	от 0,0005 до 1 включ.
Молибден	от 0,001 до 0,4 включ.
Мышьяк	от 0,005 до 1 включ.
Никель	от 0,005 до 1 включ.
Олово	от 0,02 до 0,2 включ.

Издание официальное

Таблица 1 (*продолжение*)

Элемент	Диапазон измерений, мг/дм^3
Свинец	от 0,002 до 1 включ.
Селен	от 0,002 до 1 включ.
Серебро	от 0,005 до 1 включ.
Стронций	от 0,001 до 1 включ.
Титан	от 0,02 до 1 включ.
Хром	от 0,005 до 1 включ.
Цинк (213,9 нм)	от 0,005 до 1 включ.
Цинк (307,6 нм)	от 0,1 до 10 включ.

Минерализация проб не должна превышать 5 г/дм^3.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 2.1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Термины и определения.

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации средств измерений.

СТ РК 2.79-2004 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов зарубежного выпуска. Порядок допуска к применению. Основные положения.

СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

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

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

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

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

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

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.

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

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

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Общие требования.

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования.

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды.

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины в соответствии с [1] и СТ РК 2.1.

4 Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих

Настоящий стандарт обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в Таблице 2.

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;

- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

Таблица 2 – Значения показателя повторяемости, воспроизводимости и точности

Диапазон измерений, мг/дм^3	σ_r, %	σ_R, %	$\pm\delta$, %	$\pm\delta_{\bar{X}}$, %
Барий, бериллий, ванадий, кадмий, кобальт, литий, марганец, молибден, мышьяк, никель, свинец, серебро, стронций, хром				
От 0,0001 до 0,001 включительно	14	20	40	34
Свыше 0,001 до 0,01 включительно	10	15	30	26
Свыше 0,01 до 0,1 включительно	8	12	24	20
Свыше 0,1	6	10	20	16
Медь, селен				
От 0,0005 до 0,005 включительно	17	25	50	42
Свыше 0,005 до 0,05 включительно	12	17	34	30
Свыше 0,05	6	10	20	16
Алюминий, железо, олово, титан				
От 0,02 до 0,1 включительно	10	15	30	26
Свыше 0,1	6	10	20	16
Цинк				
От 0,005 до 0,05 включительно	15	20	40	34
Свыше 0,05 до 0,5 включительно	10	14	28	24
Свыше 0,5	6	10	20	16

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Установленные значения показателей относятся к диапазону измерений для данного элемента в соответствии с Таблицей 1.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 σ_r - показатель повторяемости (относительное значение среднего квадратического отклонения повторяемости), σ_R - показатель воспроизводимости (относительное значение среднего квадратического отклонения воспроизводмости), $\pm\delta$ – показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95 и n=1 результате параллельных определений), $\pm\delta_{\bar{X}}$ – показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95 и n=2 результатах параллельных определений).

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

Спектрометр атомно-абсорбционный, например, с диапазоном измерений от 190 нм до 400 нм.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-25-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770;

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1; 2; 5; 10 см^3 по ГОСТ 29227;

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5; 10 $см^3$ по ГОСТ 29169;

Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 50; 100 $см^3$ по ГОСТ 1770;

Дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 5 – 50 $мм^3$ или 10 – 100 $мм^3$, погрешность измерений объема не более ± 2 %;

Дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 0,5 – 10 $мм^3$, погрешность измерений объема не более ± 2,5 % $мм^3$.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава раствора определяемых ионов (погрешность аттестованного значения ± 1 %):

алюминия (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7269-96;
бария (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7107-94;
бериллия (0,1 мг/$см^3$) по	ГСО 7759-2000;
ванадия (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7267-96;
железа (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7254-96;
кадмия (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7472-98;
кобальта (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7268-96;
лития (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7780-2000;
марганца (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7266-96;
меди (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7255-96;
молибдена (0,1 мг/$см^3$) по	ГСО 7768-2000;
мышьяка (0,1 мг/$см^3$) по	ГСО 7264-96-96;
никеля (1 мг/$см^3$) по	ГСО 8001-93;
олова (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7238-96;
свинца (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7252-96;
селена (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7340-96;
серебра (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7782-2000;
стронция (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7145-95;
титана (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7205-95;
хрома (1 мг/$см^3$) по	ГСО 8035-94;
цинка (1 мг/$см^3$) по	ГСО 7256-96.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Допускается использование других типов средств измерений и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Используемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан и поверке в соответствии с СТ РК 2.4.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 ГСО зарубежных стран должны быть допущены к применению на территории Республики Казахстан в соответствии с СТ РК 2.79.

5.2 Вспомогательные устройства и материалы

Установка для деионизованной воды или бидистиллятор или прибор для перегонки дистиллированной воды (кварцевый или стеклянный).

Стаканы лабораторные термостойкие вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336;

Колбы конические термостойкие вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336;

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919;

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336;

Фильтра обеззоленные «синяя лента»;

Фильтры мембранные, размером пор 0,45 мкм;

Бумага индикаторная универсальная;

Порядок подготовки химической посуды для выполнения измерений приведен в Приложении А.

5.3 Реактивы

Вода бидистиллированная или деионизованная.

Кислота азотная;

Кислота азотная, ос.ч. по ГОСТ 11125;

Водорода перекись (30 %), ос.ч.;

Кислота азотная, х.ч. по ГОСТ 4461;

Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204;

Кислота соляная, ос.ч. по ГОСТ 14261;

Нитрат палладия;

Нитрат магния.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается использование химических реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации с квалификацией не ниже указанной.

5.4 Приготовление растворов

Все растворы готовят на бидистиллированной (деионизованной) воде. Проверку качества воды проводят по 10.5.

5.4.1 Раствор азотной кислоты, объемная доля 3 %

В мерную колбу помещают 300-400 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды, осторожно, при перемешивании вливают 30 $см^3$ концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч доводят до 1000 $см^3$ бидистиллированной водой и перемешивают. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта 3 месяца.

Перед каждым использованием проверяют качество раствора по 10.5.

5.4.2 Раствор нитрата палладия, массовая концентрация 0,5 $г/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ раствора исходного реактива (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте – 6 месяцев.

5.4.3 Раствор нитрата магния, массовая концентрация 0,5 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,25 см^3 раствора исходного реактива (массовая концентрация 10 г/дм^3) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта - 6 месяцев.

5.4.4 Раствор нитрата магния, массовая концентрация 0,01 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора нитрата магния массовой концентрации 0,5 г/дм^3,приготовленного по 5.4.3, и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта - 1 месяц.

5.4.5 Смешанный раствор нитрата палладия-нитрата магния, массовая концентрация по 0,5 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,25 см^3 раствора исходного реактива (массовая концентрация 10 г/дм^3) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается приготовление иных объемов раствора в зависимости от потребности.

5.4.6 Приготовление рабочих растворов элементов массовой концентрации 100 мг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают при помощи пипетки 5 см^3 ГСО состава раствора соответствующего иона, доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой, полипропиленовой или фторопластовой посуде в течение 3 месяцев.

ПРИМЕЧАНИЕ В случае бериллия, молибдена и мышьяка раствор данной концентрации не готовят, так как используют ГСО состава раствора бериллия, молибдена и мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см^3.

5.4.7 Приготовление рабочих растворов элементов массовой концентрации 1 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают при помощи пипетки 1 см^3 рабочего раствора соответствующего иона массовой концентрации 100 мг/дм^3, приготовленного по 5.4.6 (или 1 см^3 ГСО состава раствора бериллия, молибдена, мышьяка), доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой, полипропиленовой или фторопластовой посуде в течение 1 недели.

5.4.8 Приготовление градуировочных растворов элементов массовой концентрации 100 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают при помощи пипетки 10 $см^3$ рабочего раствора соответствующего иона массовой концентрации 1 $мг/дм^3$, приготовленного по 5.4.7. доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

5.4.9 Приготовление градуировочных растворов элементов массовой концентрации 50 $мкг/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают при помощи пипетки 5 $см^3$ рабочего раствора соответствующего иона массовой концентрации 1 $мг/дм^3$, приготовленного по 5.4.7, доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

5.4.10 Приготовление градуировочных растворов элементов массовой концентрации 20 $мкг/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают при помощи пипетки 2 $см^3$ рабочего раствора соответствующего иона массовой концентрации 1 $мг/дм^3$, приготовленного по 5.4.7, доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

5.4.11 Приготовление градуировочных растворов элементов массовой концентрации 10 $мкг/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают при помощи пипетки 1 $см^3$ рабочего раствора соответствующего иона массовой концентрации 1 $мг/дм^3$, приготовленного по 5.4.7, доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

5.4.12 Приготовление градуировочных растворов элементов массовой концентрации 5 $мкг/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают при помощи пипетки 5 $см^3$ раствора соответствующего иона массовой концентрации 100 $мкг/дм^3$, приготовленного по 5.4.8, доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

5.4.13 Приготовление градуировочных растворов элементов массовой концентрации 1 $мкг/дм^3$.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают при помощи пипетки 1 $см^3$ раствора соответствующего иона массовой концентрации 100 $мкг/дм^3$, приготовленного по 5.4.8, доводят до метки 3 %-ным раствором азотной кислоты по 5.4.1 и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

6 Метод измерений

Метод основан на измерении резонансного поглощения света, возникающего при его прохождении через слой атомного пара в графитовой кювете атомно-абсорбционного спектрометра. Содержание элементов определяется величиной интегрального аналитического сигнала и рассчитывается по предварительно установленной градуировочной характеристике.

7 Требования к квалификации персонала

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и показавшего удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

8 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на атомно-абсорбционный спектрометр.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

9 Условия выполнения измерений

9.1 При выполнении измерений должны быть соблюдены нормальные условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- относительная влажность, %	не более 80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7

10 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор, консервирование и подготовка проб, подготовка спектрометра к работе, выбор условий проведения измерений, подготовка графитовой кюветы, проверка качества бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 5.4.1 и градуировка спектрометра.

10.1 Отбор и консервирование проб

Общие требования к отбору проб по СТ РК ГОСТ Р 51592.

Отбор проб природной воды производится по ГОСТ 17.1.5.05, сточной - по [2]. Объем отбираемой пробы составляет не менее 250 $см^3$. Пробы воды отбирают в чистые полиэтиленовые или фторопластовые бутыли, подготовленные согласно Приложению А и предварительно ополоснутые отбираемой водой.

При определении растворенных форм элементов пробы фильтруют на месте отбора через мембранный фильтр с порами 0,45 мкм (допустимо использование бумажных фильтров «синяя лента»), отбрасывая первые порции фильтрата (10-20 $см^3$). Фильтрат сразу же подкисляют концентрированной азотной кислотой квалификации ос.ч. из расчета 3 $см^3$ кислоты на 1 $дм^3$ воды и контролируют значение pH. Если значение pH пробы превышает 2 (контроль по универсальному индикатору), то продолжают добавлять азотную кислоту до достижения значения $pH \leq 2$.

При определении суммы форм элементов (растворенных и взвешенных, т.н. валовое содержание) нефильтрованную пробу подкисляют концентрированной азотной кислотой квалификации ос.ч. из расчета 3 $см^3$ кислоты на 1 $дм^3$ пробы (желательно на месте отбора пробы) и контролируют значение pH. Если значение pH пробы превышает 2 (контроль по универсальному индикатору), то продолжают добавлять азотную кислоту до достижения значения $pH \leq 2$.

При необходимости определения олова отдельную пробу подкисляют концентрированной соляной кислотой квалификации ос.ч. из расчета 3 $см^3$ кислоты на 1 $дм^3$ воды. При определении содержания алюминия также допускается консервировать пробу соляной кислотой.

Срок хранения законсервированной пробы в посуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта - 1 месяц.

ПРИМЕЧАНИЕ Фильтры необходимо предварительно промыть несколько раз раствором азотной кислоты по 5.4.1 и проконтролировать концентрацию определяемого элемента в фильтрате по 10.5.

10.2 Подготовка проб к анализу

Одновременно подготавливают две аликвотные порции пробы.

При определении валового содержания элементов в природной и сточной водах законсервированные пробы тщательно перемешивают (не менее 3-х мин), а затем отбирают мерным цилиндром две аликвотные порции объемом по 50 $см^3$.

Каждую аликвоту переносят в термостойкий стакан вместимостью 100 $см^3$ и добавляют 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч. и 1,5 $см^3$ перекиси водорода.

Нагревают на плитке в течение двух часов, не допуская кипения (раствор при этом упаривается до объема 20 $см^3$). Упаренные пробы переносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, ополаскивают стаканчики бидистиллированной водой в те же колбы и доводят раствор в колбах до метки бидистиллированной водой. Содержимое колб перемешивают и фильтруют через предварительно промытые и проконтролированные на чистоту фильтры «синяя лента» или мембранные фильтры (см. сноску в 10.1), отбрасывая первые порции фильтрата (10 $см^3$).

Подготовленные пробы необходимо хранить в посуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не более 5 дней.

При определении валового содержания элементов в пробах природной и сточной воды допускается проводить кислотную обработку проб с использованием сверхвысокочастотного минерализатора (см. Приложение Б). При использовании сверхвысокочастотных минерализаторов руководствуются рекомендациями изготовителя.

Если законсервированная проба природной воды не содержит видимого невооруженным глазом осадка или взвесей, то допускается не проводить ее подготовку в соответствии с настоящим пунктом, а непосредственно проводить измерения согласно 11.1. Если относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результатов измерений не превышает 6 %, то результаты измерений признают достоверными. В противном случае необходимо провести обработку двух аликвотных порций пробы как описано выше.

При определении массовой концентрации растворенных форм элементов проводится непосредственный анализ отфильтрованной и законсервированной по 10.1 пробы.

10.3 Подготовка холостой пробы

Холостую пробу готовят и анализируют одновременно с каждой партией рабочих проб при определении валового содержания элементов. Приготавливают не менее двух параллельных холостых проб следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 2,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч. и 1,5 $см^3$ перекиси водорода, используемых при подготовке проб к анализу, доводят раствор до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

10.4 Подготовка графитовой кюветы

Перед началом выполнения любого измерения необходимо провести «холостую атомизацию», т.е. осуществить всю процедуру процесса атомизации при выбранных параметрах измерения (см. Таблицу 3) без введения пробы в графитовую кювету атомизатора. Это необходимо для того, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений кюветы определяемым элементом и, при наличии загрязнения, его устранить.

Для устранения загрязнений возможно неоднократное проведение процедуры «холостой атомизации», т.е. отжига кюветы. Кювету считают

чистой, если значения аналитического сигнала не превышают 0,005 для всех элементов, за исключением бария и стронция, для которых допускается превышение холостого выходного сигнала над указанным выше значением при условии, что его СКО не превышает 6 % для 5 измерений.

10.5 Контроль качества бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты

Перед началом работы проверяют качество бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 5.4.1. Для этого измеряют массовую концентрацию определяемых элементов в соответствии с 11.1 по установленным для них градуировочным характеристикам.

Качество воды (раствора азотной кислоты) признают удовлетворительным, если измеренное значение массовой концентрации элемента при вводе 40 мм^3 не превышает 5 % от рекомендуемых в Таблице 4 значений массовой концентрации градуировочного раствора.

Если градуировочная характеристика для данного элемента в лаборатории еще не установлена, то используют градуировочную характеристику, установленную на фирме-изготовителе. При отсутствии градуировочной характеристики находят отношение аналитических сигналов от одинаковых объемов воды (раствора азотной кислоты) и градуировочного раствора, (например, 20 мм^3), которое не должно превышать 0,05.

10.6 Градуировка спектрометра

Градуировочная характеристика спектрометра представляет собой зависимость аналитического сигнала от массы элемента.

В графитовую кювету атомизатора, подготовленную по 10.4, вводят последовательно дозатором или при помощи автосемплера 10, 20, 40 мм^3 градуировочного раствора соответствующего элемента, приготовленного в соответствии с 5.4.7 - 5.4.13. Рекомендуемые значения массовой концентрации градуировочных растворов для каждого элемента представлены в Таблице 4.

При установлении градуировочной характеристики для цинка (рабочая длина волны 213,9 нм) руководствуются Приложением В.

Рекомендуемые параметры проведения различных стадий процесса атомизации для каждого элемента при градуировке и при анализе проб приведены в Таблице 3. Для селена, мышьяка и олова модификатор вводится в обязательном порядке.

Таблица 3 - Условия проведения анализа

Элемент	Длина волны, нм	Сушка		Пиролиз 1		Пиролиз 2*		Атомизация		Очистка	
		Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С
Al**	257,4	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2600	2,0	2750
Ba	553,6	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2650	2,0	2800
Be **Be**	234,9	40	120	20-30	700 700	—	—	1,5	2800 2600	2,0	2850 2700
V	318,4	40	120	20-30	700	—	—	1.5	2800	2,0	2850
Fe	372	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2400	2,0	2550
Cd	228,8	40	120	20-30	400	—	—	1.5	1300	2,0	1500
Co	240,7	40	120	20-30	500	—	—	1.5	2450	2,0	2600
Li	670,8	40	120	20-30	600	—	—	1.5	2450	2.0	2600
Мп	279,5	40	120	20-30	500	—	—	1.5	2100	2,0	2400
Си	324,7	40	120	20-30	500	—	—	1.5	2100	2,0	2400
Mo	313,3	40	120	20-30	700	—	—	1.5	2800	2.0	2850
As	193,7	40	120	20-30	600	—	—	1.5	2750	2,0	2800
Ni	232,0	40	120	20-30	600	—	—	1,5	2650	2,0	2750
Sn	286,3	40	120	20-30	600	—	—	1,5	2700	2,0	2850
Pb **Pb**	283.3	40	120	20-30		—	—	1,5	2450 1700	2,0	2700 1900
Se	196,1	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2600	20	2800
Ag **Ag**	328,1	40	120	20-30	500 500	—	—	1,5	2200 1800	2,0	2000
Sr	460,7	40	120	20-30	700	—	—	1,5	2600	2,0	2800
Ti	364,3	40	120	20-30	600	—	—	1.5	2830	2,0	2900
Cr	357,9	40	120	20-30	600	—	—	1,5	2550	2,0	2700
Zn	307,6 213,9	40	120	20-30	400	—	—	1,5	1500	2,0	1700

* Пиролиз 2 проводится при необходимости (если не подтверждается достоверность результатов по 11.1). Рекомендуемые условия Пиролиза 2: время 5 с, температура 1000-1200 °С.

** При работе с алюминием на линии 257,4 необходимо установить рабочий ток источника излучения 18 мА (см. Руководство по эксплуатации спектрометра).

Каждый из рекомендуемых объемов градуировочного раствора последовательно вводят в графитовую кювету по 5 раз и измеряют величины аналитического сигнала, используя программное обеспечение к спектрометру. Затем рассчитывают среднее арифметическое значение сигнала для всех вводов

и его СКО, которое не должно превышать 6 %. Если это условие не соблюдается, то необходимо выявить и устранить причины нестабильности и повторить ввод градуировочного раствора.

В качестве аналитического сигнала «нулевой» точки (масса соответствующего элемента равна нулю) берут сигнал от отожженной по 10.4 графитовой кюветы.

Таблица 4 - Рекомендуемые значения массовой концентрации растворов для построения градуировочных характеристик

Элемент	Массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3
Cd, Li, Be, Sr	1
Ag, Cr, Mn	5
As, Co, Cu, Mo, Ni, Pb, V	10
Se	20
Ba, Sn	50
Al, Ti, Fe (372,0 нм)	100
Zn (307,6 нм)	1000

Массу элемента, введенную в графитовую кювету (М, пг), вычисляют по Формуле (1):

$$M = C \cdot V, \qquad (1)$$

где С - массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3;

V - объем градуировочного раствора, введенный в кювету, мм^3.

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную характеристику.

10.7 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят непосредственно после ее построения по 10.6. Перед ее проведением необходимо провести отжиг графитовой кюветы по 10.4. Проверка состоит в измерении массовой концентрации определяемого элемента при вводе 15; 20 или 25 мм3 раствора, использованного при градуировке. Выбранный объем раствора следует вводить в графитовую кювету не менее трех раз.

Используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднее значение массовой концентрации элемента для всех измерений и относительное СКО полученных значений. Градуировочная характеристика признается приемлемой, если:

- значение СКО не превышает 6 %;

- отклонение среднего арифметического значения массовой концентрации соответствующего элемента от действительного значения (см. Таблицу 4) не превышает 12 %.

10.8 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед началом работы на спектрометре и после каждых 15-20 измерений.

В качестве образца для контроля используют раствор элемента массовой концентрации, приведенной в Таблице 4. Допускается использование растворов других концентраций при условии, что масса элемента в дозируемом объеме соответствует диапазону градуировочной характеристики.

Не менее трех раз вводят в графитовую кювету атомизатора от 10 мм^3 до 40 мм^3 образца для контроля и измеряют значения массовой концентрации элемента в соответствии с выбранным режимом работы (см. Таблицу 3). СКО полученных значений не должно превышать 6 %. Градуировочная характеристика признается стабильной, если отклонение найденного среднего арифметического значения массе вой концентрации элемента от действительного значения в образце для контроля не превышает 15 %.

В этом случае градуировочная характеристика может быть использована для проведения дальнейших измерений проб. В противном случае находят причины, приведшие к нарушению стабильности градуировочной характеристики (ошибка в приготовлении раствора, исчерпан ресурс работоспособности графитовой кюветы и т.д.), устраняют их и проводят градуировку спектрометра по 10.6.

Результаты, полученные после предыдущего контроля стабильности, считают сомнительными, и измерения проб, проведенные в этот период, повторяют.

ПРИМЕЧАНИЕ Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проведении проверки приемлемости и контроле стабильности градуировочной характеристики при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.

11 Выполнение измерений

11.1 Измерение массовой концентрации определяемого элемента в пробе

Анализу подвергается проба, подготовленная по 10.2. Порядок проведения измерений осуществляется в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра с обязательным предварительным отжигом графитовой кюветы и оценкой ее чистоты по 10.4.

Начинать анализ рекомендуется с ввода в графитовую кювету минимально возможного объема пробы (10 мм^3). В зависимости от полученной величины аналитического сигнала поступают следующим образом:

- если величина сигнала мала (менее половины величины сигнала от первой градуировочной точки), то увеличивают объем дозируемой пробы, но не более чем до 40 мм^3;

- если в окне результатов вместо значения концентрации появляется пометка «> калибр.» или «некорректное значение», то пробу разбавляют таким образом, чтобы сигнал от разбавленной пробы при дозировании от 10 мм^{3}до 40 мм^3 соответствовал примерно середине диапазона градуировочной характеристики.

Коэффициент разбавления вычисляют по Формуле (2):

$$Q = \frac{V\hat{e}}{V\grave{a}} \qquad (2)$$

где V_k - объем разбавленной пробы, см^3;

V_a - аликвотная порция исходной пробы, взятая для разбавления, см^3.

Выбранный объем подготовленной пробы (исходной или разбавленной) дозируют в графитовую кювету не менее трех раз и измеряют массовую концентрацию элемента. При помощи программного обеспечения находят среднее арифметическое значение полученной концентрации и его относительное СКО. Условия проведения анализа при определении массовой концентрации конкретного элемента в пробе и при градуировке должны совпадать (быть идентичны).

Полученные результаты считают приемлемыми, если величина СКО не превышает 6 %. Для меди и молибдена (масса менее 5: пг), селена (масса менее 100 пг) допускаются более высокие значения СКО (до 15 %).

При наличии возможных проявлений матричных эффектов пробы достоверность полученных результатов следует подтвердить путем введения добавок. Процедура состоит в следующем: вводят в кювету пробу выбранного объема и запускают процедуру процесса атомизации, которую прерывают нажатием клавиши «Esc» перед окончанием операции «сушка пробы». Далее вводят в кювету такой объем раствора элемента известной концентрации (например, градуировочного), чтобы аналитический сигнал возрос в 1,5 - 2 раза оставаясь в рамках диапазона градуировочной характеристики. Вновь запускают процедуру процесса атомизации и проводят ее полностью. Повторяют измерение с добавкой не менее трех раз находят среднее арифметическое значение массы элемента.

Ожидаемое значение массы элемента представляет собой сумму массы элемента, содержащейся в объеме введенной пробы и массы элемента в объеме введенной добавки (пг). Если расхождение между измеренным значением массы элемента и ожидаемым значением не превышает 15 % от ожидаемого значения, то результат анализа пробы считают подтвержденным. Если это условие не выполняется, то необходимо увеличить кратность разбавления или скорректировать условия анализа пробы (например, ввести стадию пиролиза 2, использовать модификатор или графитовую кювету с платформой Львова).

Следует отметить, что при использовании кюветы с платформой Львова необходимо установить температуру атомизации и очистки определяемого элемента на 200-250 °С выше, чем указано в Таблице 3.

Таблица 5 - Введение модификатора

Элемент	Модификатор	Концентрация, г/дм^3	Объем, мм^3	Способ ввода
AI	$Mg(N0_3)_2$	0,1	10	1,2
Be	$Pd(N0_3)_2$+ $Mg(N0_3)_2$	по 0,5	10	1,2
Fe	$Mg(NO_3)_2$	0.O1	10	1,2
Cd	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
As	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Sn	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Pb	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Se	$Pd(N0_3)$	0,5	10	1,2
Ag	$Pd(N0_3)_2$	0,5	10	1,2
Zn	$Mg(NO_3)_2$	0,01	10	1,2
Способ 1 Последовательное введение модификатора и пробы непосредственно в кювету (суммарный объем пробы и модификатора не должен превышать 40 мм^3). Способ 2 Введение модификатора в градуировочный раствор/пробу. К 1 см^3 градуировочного раствора/пробы 20 мм^3 исходного раствора модификатора массовой концентрации 10 г/дм^3.				

Если при анализе проб выясняется необходимость в применении модификатора и/или кюветы с платформой Львова, то необходимо заново установить градуировочную характеристику для этих условий. В Таблице 5 приведен примерный список элементов, для которых может потребоваться использование модификаторов и способы работы с ними.

ПРИМЕЧАНИЕ - Допускаются иные способы реализации метода добавок, в частности последовательное введение в графитовую кювету пробы и добавки без проведения сушки после первого ввода при условии, что суммарный объем вводимой пробы и добавки не превышает 40 мм3.

11.2 Измерение содержания определяемого элемента в холостой пробе

Определение массовой концентрации элемента в каждой холостой пробе, приготовленной по 10.3, проводят в соответствии с 11.1 не менее трех раз в тех же условиях, в которых анализируются пробы и с тем же разбавлением. Объем холостой пробы, вводимый в графитовую кювету атомизатора, составляет 40 мм3. Используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднее арифметическое полученных значений.

Затем находят среднее арифметическое значение для двух холостых проб и принимают его в качестве результата измерений массовой

концентрации элемента в холостой пробе. Для обеспечения точности измерений в соответствии со значениями показателей, приведенными в Таблице 2, необходимо добиться того, чтобы массовая концентрация элемента в холостой пробе не превышала 30 % от нижнего значения диапазона измерений (Таблица 1). В противном случае необходимо найти и устранить источник загрязнения, вновь приготовить по 10.3 холостую пробу и проанализировать ее.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 При невозможности дальнейшего снижения значения холостой пробы (недостаточная чистота реактивов, воды, посуды, лабораторного помещения) лаборатория должна ограничить диапазон измерений таким образом, чтобы реально достигаемая холостая проба не превышала 30 % его нижней границы.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 При систематической работе необходимо контролировать стабильность значений холостой пробы по определяемым элементам с использованием, например, контрольных карт и принимать оперативные меры при формировании негативных тенденций для значений холостой пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Наибольшие сложности возникают, как правило, для следующих элементов: алюминий, железо, медь, цинк (рабочая длина волны 213,9 нм).

12 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию определяемого элемента в пробе (X, мг/дм^3) вычисляют по Формуле (3):

$$X = (C_{пр} - C_x) \cdot Q, \quad (3)$$

где $C_{пр}$ - массовая концентрация определяемого элемента в анализируемой пробе по 11.1, мкг/дм^3;

C_x - массовая концентрация определяемого элемента в холостой пробе по 11.2, мкг/дм^3; если пробу не минерализовали по 10.2, то $C_x = 0$;

Q- коэффициент разбавления, вычисленный по Формуле (2); если пробу не разбавляли, то Q = 1.

Если анализируют только одну аликвотную порцию пробы (определение растворенных форм или анализ проб природной воды без предварительной пробоподготовки), то за результат измерения массовой концентрации элемента в пробе принимают значение, вычисленное по Формуле (3).

Если анализируют две аликвоты пробы, то за результат измерения массовой концентрации элемента в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов n = 2 параллельных определений, для которых выполняется условие:

$$X_{max} - X_{min} \le 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r_{отн}, \quad (4)$$

где X_{max} - больший результат параллельного определения, мг/дм^3;

X_{min} - меньший результат параллельного определения, мг/дм^3;

$\overline{X}$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений, мг/дм^3;

$r_{отн}$ - значение предела повторяемости (см. Таблицу 6), %.

При невыполнении условия (4) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (5 раздел).

13 Оформление результатов измерений

Если анализируется только одна аликвота пробы, то результат измерения (X) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: X ± Δ, мг/дм^3, P = 0,95, где Δ - показатель точности методики:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100} \qquad (5)$$

Значение δ приведено в Таблице 2.

Таблица 6 - Значения пределов повторяемости для доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
Барий, бериллий, ванадий, кадмий, кобальт, литий, марганец, молибден, мышьяк, никель, свинец, серебро, стронций, хром	
От 0,0001 до 0,001 включ.	39
Св. 0,001 до 0,01 включ.	28
Св. 0,01 до 0,1 включ.	22
Св. 0,1	17
Медь, селен	
От 0,0005 до 0,005 включ.	48
Св. 0,005 до 0,05 включ.	34
Св. 0,05	17
Алюминий, железо, олово, титан	
От 0,02 до 0,1 включ.	28
Св. 0,1	17
Цинк	
От 0,005 до 0,05 включ.	42
Св. 0,05 до 0,5 включ.	28
Св. 0,5	17

ПРИМЕЧАНИЕ Установленные значения показателей относятся к диапазону измерений для данного элемента в соответствии с Таблицей 1.

Если анализируются две аликвоты пробы, то результат измерения ($\overline{X}$) в документах, предусматривающих его использование, может быть

представлен в виде: $\overline{X} \pm \Delta_{\overline{X}}$, мг/дм^3, Р = 0,95, где $\Delta_{\overline{X}}$ - показатель точности методики:

$$\Delta_{\overline{X}} = \frac{\delta_{\overline{X}} \cdot \overline{X}}{100} \quad (6)$$

Значение $\delta_{\overline{X}}$ приведено в Таблице 2.

Допускается результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде Х + Д$_л$, мг/дм^3, Р = 0,95, при условии А$_{л}$ < А, где ± Д$_я$ - значение показателя точности измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

ПРИМЕЧАНИЕ При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- число результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана).

14 Проверка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами единичных измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$\left|X_{1,лаб} - X_{2,лаб}\right| \le 0{,}01 \cdot X_{ср} \cdot R \quad (7)$$

где $X_{1,лаб}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$X_{2,лаб}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$X_{ср}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3;

R - значение предела воспроизводимости (см. Таблицу 7), %.

Таблица 7 - Значения пределов воспроизводимости и критической разности для доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами, полученными в разных лабораториях), R, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $CD_{0.95}$, %
Барий, бериллий, ванадий, кадмий, кобальт, литий, марганец, молибден, мышьяк, никель, свинец, серебро, стронций, хром		
От 0,0001 до 0,001 вкл.	56	48
Св. 0,001 до 0,01 вкл.	42	36
Свыше 0,01 до 0,1 вкл.	34	28
Свыше 0,1	28	22
Медь, селен		
От 0,0005 до 0.005 вкл.	70	59
Св. 0,005 до 0,05 вкл.	48	42
Свыше 0,05	28	22
Алюминий, железо, олово, титан		
От 0,02 до 0,1 вкл.	42	36
Свыше 0,1	28	22
Цинк		
От 0,005 до 0,05 вкл.	56	48
Свыше 0,05 до 0,5 вкл.	39	34
Свыше 0,5	28	22
ПРИМЕЧАНИЕ Установленные значения показателей относятся к диапазону измерений для данного элемента в соответствии с Таблицей 1.		

Если в каждой из двух лабораторий получено по два результата параллельных определений, то расхождение между средними арифметическими значениями, полученными в лабораториях, не должно превышать критической разности CD_{0i95} (Таблица7):

$$\left|\overline{X}_{1,лаб} - \overline{X}_{2,лаб}\right| \le 0,01 \cdot \overline{X}_{ср} \cdot CD_{0,95} \qquad (8)$$

где $\overline{X}_{1,лаб}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$\overline{X}_{2,лаб}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$\overline{X}_{ср}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3.

При выполнении условий (7) и (8) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

15 Контроль качества результатов измерении при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

Оперативный контроль процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля $К_д$. Образцами для контроля являются рабочие пробы природных или сточных вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по Формуле (9):

$$K_к = |X' - X - C_д|, \quad (9)$$

где X- результат контрольного измерения массовой концентрации элемента в рабочей пробе (см. 11), мг/дм^3;

X` - результат контрольного измерения массовой концентрации элемента в пробе с известной добавкой (см. 11), мг/дм^3;

$С_д$ - величина добавки определяемого элемента, мг/дм^3.

Величина добавки должна составлять от 50 % до 150 % от содержания элемента в исходной пробе. Объем добавки не должен превышать 5 % объема пробы. Если содержание элемента в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, то величина добавки должна в 2 - 3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

Величину добавки ($С_д$, мг/дм^3) рассчитывают по Формуле (10):

$$C_д = C_0 \cdot V_0 / V \quad (10)$$

где $С_0$ - массовая концентрация элемента в стандартном образце (аттестованной смеси), использованном для внесения добавки, мг/дм^3;

V_0 - объем стандартного образца (аттестованной смеси), внесенного в качестве добавки, см^3;

V - объем пробы, см^3.

Норматив контроля $К_д$ рассчитывают по Формуле (11):

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{л,X})^2 + (\Delta_{л,X'})^2} \quad (11)$$

где $\Delta_{лX}$ и $\Delta_{лX}$` - показатели точности результатов измерений (границы абсолютной погрешности измерений для вероятности $P = 0{,}95$), установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию элемента в рабочей пробе и в пробе с добавкой соответственно, мг/дм^3.

Если в лаборатории установлены границы относительной погрешности ($\delta_{л,X}$ и $\delta_{л,X^I}$), то значения $\Delta_{л,X}$ и $\Delta_{л,X^I}$ вычисляют по Формулам (12) и (13):

$$\Delta_{л,X} = 0{,}01 \cdot \delta_{л,X} \cdot X;\ \Delta_{л,X^I} = 0{,}01 \cdot \delta_{л,X^I} \cdot X^I \qquad (12)$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K_д \qquad (13)$$

Если неравенство (13) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А
(информационное)

Подготовка химической посуды для выполнения измерений

При выполнении измерений необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную азотную (х.ч.) или серную (х.ч.) кислоту. Категорически запрещается использовать для мытья соду, все виды щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

Посуду предварительно отмывают водопроводной водой, а затем в нее наливают на 1/2 объема азотную или серную кислоту и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд. Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки. После промывания посуды дистиллированной водой (не менее 5 раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной водой (2-3 раза).

При проведении анализа для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в чистый, сухой стаканчик и из него набирают раствор в пипетку. Запрещается погружать пипетку во весь объем раствора во избежание загрязнения.

Рекомендуется иметь отдельный набор посуды для приготовления растворов каждого элемента.

Приложение Б
(информационное)

Разрушение органических веществ в пробах методом сверхвысокочастотной минерализации

Разрушение органических веществ проводят в соответствии с инструкцией к сверхвысокочастотной печи по [3].

Пробу объемом 50 $см^3$ помещают в контейнер для пробоподготовки. Выбирают соответствующий Алгоритм разложения. Проводят выпаривание пробы в сверхвысокочастотном минерализаторе и, после добавления концентрированной азотной кислоты и перекиси водорода, разрушение органических веществ под давлением в течение 15 мин. После этого, не вынимая контейнер, проводят выпаривание излишков кислоты.

Полученный азотнокислый раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют до метки бидистиллированной (деионизованной водой).

Для приготовления холостой пробы в контейнер для пробоподготовки приливают те же объемы реагентов, которые использовались при разложении, и проводят их выпаривание. После этого раствор количественно переносят из контейнера в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной водой).

Приложение В
(обязательное)

Способы построения градуировочной характеристики для цинка (рабочая длина волны 213,9 нм)

При построении градуировочной характеристики для цинка (рабочая длина волны 213,9 нм) руководствуются одним из описанных ниже способов в зависимости от чистоты бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 5.4.1.

Если качество бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 5.4.1 соответствует требованиям 10.5 для градуировочного раствора цинка массовой концентрации 1 мкг/дм^3, то проводят градуировку по 8.6 с использованием этого градуировочного раствора.

Если качество бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 5.4.1 не соответствует требованиям 10.5 для градуировочного раствора цинка массовой концентрации 1 мкг/дм^3, то проверяют его соответствие для градуировочного раствора цинка 10 мкг/дм^3; дозируемые объемы должны составлять 5 мм^3. При удовлетворительных результатах контроля рекомендуются следующие варианты:

- проведение градуировки по процедуре, изложенной в 10.6, с использованием раствора цинка массовой концентрации 10 мкг/дм^3 (см. 5.4.11). При этом объем дозируемого раствора составляет 2; 4; 8 мм^3 (необходим микродозатор переменного объема от 0,5-10 мм^3);
- приготовление нескольких градуировочных растворов, например, массовой концентрации цинка 5; 10; 20; мкг/дм^3 и ввод одного и того же объема (5 мм^3) каждого градуировочного раствора (например, с использованием автосемплера),

При неудовлетворительных результатах контроля качества бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 5.4.1 необходимо устранить источники загрязнения, обращая особое внимание на чистоту используемой посуды.

Библиография

[1] Закон Республики Казахстан от 07 июня 2000 г. № 53-II «Об обеспечении единства измерений»

[2] ПНД Ф 12.15.1-08 Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод.

[3] ASTM D 5513 Standard Practice for Microwave Digestion of Industrial Furnace Feedstreams and Waste for Trace Element Analysis

УДК 389.14:006.354 **МКС 13.060.20**

Ключевые слова: атомно-абсорбционный метод, электротермическая атомизация, методика выполнения измерений

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«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) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru