МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33850—
2016**

ПОЧВЫ

Определение химического состава методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Почвенный институт имени В.В. Докучаева» (ФГБНУ «Почвенный институт им. В.В. Докучаева») совместно с Аналитическим центром МГУ имени М.В. Ломоносова

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2016 г. № 91-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 октября 2016 г. № 1433-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33850—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Требования безопасности и условия выполнения измерений 2
5 Средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы 3
6 Подготовка к проведению определения 4
7 Проведение определения 6
8 Прецизионность 7
9 Протокол испытаний 9

МКС 13.080.10

Поправка к ГОСТ 33850—2016 Почвы. Определение химического состава методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОЧВЫ

Определение химического состава методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии

Soils. Determination of chemical composition by X-Ray fluorescence spectrometry

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на почвы, содержащие в сумме не более 20 % органического вещества и карбонатов, и устанавливает метод рентгенофлуоресцентной спектрометрии определения их химического состава.

Диапазон определения содержания макроэлементов в форме оксидов (SiO_2, Al_2O_3, CaO, MgO, K_2O, Na_2O, Fe_2O_3, P_2O_5, SO_3, TiO_2, Cr_2O_3, MnO) и микроэлементов (As, Cl, Ni, Cu, Zn, Pb, Sr, Zr, Rb, Ga, Nb, Br, Y) представлен в разделе 8.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

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

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

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

ГОСТ 17.4.3.01 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 17.4.4.02 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО 3310-1 Сита контрольные. Часть 1. Сита контрольные из металлической проволочной ткани. Технические требования и испытания[1)]

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля[2)]

ГОСТ 4403 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия[3)]

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) «Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

[3)] Действует ГОСТ 6563—2016.

Издание официальное

ГОСТ ISO 11464 Качество почвы. Предварительная подготовка проб для физико-химического анализа

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 24234 Пленка полиэтилентерефталатная. Технические условия

ГОСТ 28268 Почвы. Методы определения влажности, максимальной гигроскопической влажности и влажности устойчивого завядания растений

ГОСТ 29269 Почвы. Общие требования к проведению анализов

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

3.1 Метод рентгенофлуоресцентной спектрометрии основан на зависимости интенсивности характеристической флуоресценции элемента от его массовой доли в анализируемой пробе. Характеристическое флуоресцентное излучение, поступающее от анализируемой пробы во время определения, является результатом возбуждения атомов анализируемой пробы первичным излучением рентгеновской трубки.

3.2 Возбуждение атомов элемента из анализируемой пробы, выделение из всего потока излучения спектральных линий, принадлежащих каждому из определяемых элементов, и измерение их интенсивности происходят с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра. Интенсивность характеристической флуоресценции определяемых элементов пересчитывают в единицы концентраций по математическим моделям, полученным в результате градуировки спектрометра с помощью программного обеспечения рентгенофлуоресцентного спектрометра.

3.3 При определении химического состава почв методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии рекомендуется использовать наиболее интенсивные спектральные линии *K*- или *L*-серии.

4 Требования безопасности и условия выполнения измерений

4.1 При проведении подготовки проб и определении их химического состава методом РФА не используются вредные вещества 1, 2 и 3-го классов опасности, определенные в ГОСТ 12.1.007.

4.2 Помещения, в которых проводят определение и подготовку проб, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и подводкой воды (для рентгенофлуоресцентного спектрометра волнового типа). Источник питания — сеть переменного тока напряжением (220 ± 22) В и частотой (50 ± 0,5) Гц.

4.3 К выполнению измерений допускаются лица не моложе 18 лет, имеющие образование не ниже среднего специального, прошедшие инструктаж по технике безопасности, владеющие техникой проведения рентгенофлуоресцентной спектрометрии и изучившие инструкции по эксплуатации применяемой аппаратуры.

4.4 Подготовку к работе рентгенофлуоресцентного спектрометра проводят в соответствии с требованиями руководства (инструкцией) по эксплуатации прибора.

4.5 Условия микроклимата в аналитической лаборатории при проведении измерений определяются требованиями к условиям работы оборудования, указанными в паспорте (инструкции по эксплуатации), а также условиями применения мерной посуды, и составляют:

- температура окружающего воздуха ..... (22 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... от 84 до 107 кПа;
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %.

5 Средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы

5.1 Для определения используют следующие средства измерений:

5.1.1 Весы неавтоматического действия с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1 или нормативным документам государства, принявшего стандарт.

5.1.2 Спектрометр рентгенофлуоресцентный, позволяющий измерять интенсивность характеристической флуоресценции определяемых элементов, с программным обеспечением, позволяющим автоматически определять содержание элементов по градуировочным зависимостям.

Примечание — Для измерений могут быть использованы волнодисперсионные или энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры, снабженные вакуумной камерой или системой продувки измерительной камеры гелием.

5.2 Для определения используют следующую аппаратуру:

5.2.1 Измельчитель-гомогенизатор лабораторный, в том числе механический истиратель дисковый, механический истиратель планетарного либо вибрационного типа с агатовыми, цирконовыми или другими рабочими органами или аналогичные истиратели, не загрязняющие пробы определяемыми элементами на уровне, искажающем результаты анализа.

5.2.2 Печь муфельную или устройство для автоматического сплавления проб с рабочей температурой не менее 1100 °С.

5.2.3 Пресс для изготовления таблеток, обеспечивающий давление, превышающее $1{,}72 \times 10^7$ Па.

5.2.4 Шкаф сушильный, позволяющий поддерживать температуру от 80 °С до 105 °С с погрешностью регулирования до ±2 °С.

5.3 Для определения используют следующие материалы:

5.3.1 Кювета полиэтиленовая, кольцевой фиксатор полиэтилентерефталатной пленки, имитирующей дно.

5.3.2 Пленка полиэтилентерефталатная (майларовая) толщиной 4—6 мкм по ГОСТ 24234.

5.3.3 Сито с проходным размером отверстий от 0,075 до 0,100 мм из материалов, не загрязняющих пробы определяемыми элементами на уровне, искажающем результаты анализа по ГОСТ ИСО 3310-1 и ГОСТ 4403.

5.3.4 Сито с отверстиями диаметром 1 или 2 мм из материалов, не загрязняющих пробы определяемыми элементами на уровне, искажающем результаты анализа по ГОСТ ИСО 3310-1 и ГОСТ 4403.

5.3.5 Ступка с пестиком фарфоровая по ГОСТ 9147.

5.3.6 Ступка с пестиком агатовая.

5.3.7 Тигли для плавления из золото-платинового сплава Пл3л5 по ГОСТ 6563 (5 % Au, 95 % Pt), или из графита (МПГ-6 или МПГ-7), или стеклоуглерода высокой степени чистоты.

5.3.8 Формы для ручного сплавления из золото-платинового сплава Пл3л5 по ГОСТ 6563 (5 % Au, 95 % Pt) или из графита (МПГ-6 или МПГ-7), или стеклоуглерода высокой степени чистоты.

5.3.9 Шпатели из фарфора, кварца, полимерного или другого материала, не загрязняющего пробу определяемыми элементами.

5.3.10 Щипцы с платиновыми наконечниками.

5.3.11 Эксикатор.

5.4 Для определения используют следующие реактивы:

5.4.1 При определении используют химические реактивы, степень чистоты которых не ниже ч.д.а. (чистый для анализа) по ГОСТ 13867 и воду 2-й степени чистоты по ГОСТ ISO 3696.

5.4.2 Газ, подходящий для детектора рентгеновского излучения при использовании проточно-пропорционального детектора в соответствии с инструкцией к спектрометру.

5.4.3 Флюсы (плавни) на основе боратов лития для плавления золы.

Примечания

1 Флюсы (плавни) поставляют в виде готовых реактивов или изготавливают с помощью имеющегося оборудования путем смешения компонентов по методике, принятой в лаборатории.

2 Флюс (плавень) не должен содержать определяемых элементов в количествах, превышающих пределы их обнаружения при помощи используемого рентгенофлуоресцентного спектрометра, а также элементов, вызывающих спектральные помехи при испытании.

5.4.4 Вещества связующие для изготовления прессованных таблеток: полистирол эмульсионный, поливиниловый спирт, целлюлоза, крахмал или борная кислота.

Примечание — Связующие вещества не должны содержать определяемых элементов в количествах, превышающих предел их обнаружения при помощи используемого рентгенофлуоресцентного спектрометра; степень чистоты не менее ч.д.а. (ГОСТ 13867).

5.4.5 Государственные стандартные образцы (ГСО) состава почв и силикатных горных пород для установления градуировочных зависимостей и контроля, а именно:

- курский чернозем СП-1 ГСО 5359-90;
- почва Московская дерново-подзолистая СП-2 ГСО 5360;
- почва Прикаспийская светло-каштановая СП-3 ГСО 5358;
- почва дерново-подзолистая супесчаная СДПС-1 ГСО 2498; СДПС-2 ГСО 2499; СДПС-3 ГСО 2500;
- почва красноземная СКР-1 ГСО 2501; СКР-2 ГСО 2502; СКР-3 ГСО 2503;
- почва сероземная карбонатная ССК-1 ГСО 2504; ССК-2 ГСО 2505; ССК-3 ГСО 2506;
- почва чернозема типичного СЧТ-1 ГСО 2507; СЧТ-2 ГСО 2508; СЧТ-3 ГСО 2509;
- габбро эссекситовое СГД-1А ГСО 521П;
- гранит альбитизированный СГ-1А ГСО 520П;
- трапп СТ-1А ГСО 519П.

Допускается использование других образцов анализируемых почв и силикатных горных пород, аналогичных по химическому составу и обеспечивающих сопоставимость результатов (ГОСТ 8.315).

5.4.6 Стандартные образцы состава почв или силикатных горных пород (не использованные для построения градуировочных зависимостей) или аттестованные смеси почв для контроля градуировочных зависимостей (ГОСТ 8.315).

Используемые материалы и реактивы не должны загрязнять пробы определяемыми элементами на уровне, искажающем результаты измерения.

Допускается использование других средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также аппаратуры, реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

6 Подготовка к проведению определения

6.1 Отбор и подготовка проб

6.1.1 Отбор проб — по ГОСТ 17.4.3.01 или ГОСТ 17.4.4.02.

6.1.2 Предварительная подготовка проб — по ГОСТ ISO 11464.

Затем лабораторную пробу измельчают для прохождения через сито с размером отверстий 100 мкм.

6.1.3 Из подготовленной по 6.1.2 лабораторной пробы отбирают анализируемые пробы по ГОСТ 29269.

Параллельно определяют влажность пробы по ГОСТ 28268 и зольность по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Перед отбором анализируемой пробы лабораторную пробу тщательно перемешивают пестиком в ступке для растирания образцов в течение не менее 1 мин.

6.2 Приготовление анализируемой пробы

При анализе с помощью рентгенофлуоресцентной спектрометрии подготовка аналитической пробы оказывает сильное влияние на точность результатов.

Для количественного анализа твердые анализируемые пробы готовят в виде порошков, таблеток или сплавленных дисков.

Взвешивания при подготовке анализируемых проб проводят на весах 5.1.1 с пределом допустимой погрешности ±0,0001 г.

6.2.1 Общие требования

6.2.1.1 Анализируемую пробу в виде плавленого (стекловидного) диска готовят для определения нелетучих макро- и микроэлементов (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Pb, Sr, Zr, Rb, Ga, Nb, Y); в виде таблетки — для определения нелетучих и летучих элементов (S, As, Cl, Br, Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Pb, Sr, Zr, Rb, Ga, Nb, Y), в виде порошка — для определения микроэлементов.

6.2.1.2 Анализируемые пробы готовят в двух повторностях.

6.2.2 Приготовление плавленого (стекловидного) диска

6.2.2.1 Анализируемую пробу почвы, полученную по 6.1.3, помещают в тигель для плавления (5.3.7) и добавляют флюс (плавень) (5.4.3) в соотношении 1:3—1:10 в зависимости от ориентировочного содержания SiO_2 в анализируемой пробе (при содержании 40 % и выше достаточно соотношения 1:3, при более низком содержании степень разбавления должна увеличиваться) содержания определяемых элементов по массе.

Примечания

1 Расчет необходимой массы анализируемой пробы и флюса (плавня) проводят, исходя из необходимости получения сплавленного диска или спрессованной таблетки толщиной не менее 3 мм.

2 Флюс (плавень) гигроскопичен и неустойчив при нагревании, вследствие чего теряет массу при плавлении, что может привести к погрешностям результатов анализа.

Определение потери массы флюса (плавня) при плавлении проводят тремя альтернативными способами:

- флюс (плавень) целиком извлекают из тары, в которой он хранится, переносят в тигле или форме для плавления в муфельную печь, расплавляют при температуре 1000 °С в течение 10 мин, охлаждают в эксикаторе измельчают и хранят в эксикаторе;
- из каждой тары с флюсами (плавнями) отбирают пробу и определяют величину потери ее массы при плавлении, которую затем учитывают при приготовлении диска для анализа с флюсом из данной тары;
- при приготовлении диска смесь, состоящую из анализируемой пробы почвы, флюса (плавня) взвешивают до и после плавления; потерю массы при плавлении рассчитывают для каждой смеси индивидуально.

6.2.2.2 Тигель со смесью анализируемой пробы и флюса (плавня) помещают в муфельную печь или устройство для автоматического сплавления проб (5.2.2) и выдерживают при температуре 1000 °С — 1200 °С в течение времени (не более 30 мин), достаточного для получения визуально однородного расплава.

При сплавлении в муфельной печи расплав однократно извлекают с помощью щипцов с платиновыми наконечниками (5.3.10), осторожно перемешивают вращательным движением тигля до полного растворения анализируемой пробы и удаления пузырьков воздуха.

6.2.2.3 Плавленый (стекловидный) диск получают из расплава по 6.2.2.2 сплавлением вручную или с помощью автоматического устройства (5.2.2) в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

При ручном сплавлении жидкий расплав, полученный по 6.2.2.2, охлаждают на воздухе в форме для ручного сплавления (5.3.8). Скорость охлаждения анализируемой пробы в виде диска не должна приводить к его кристаллизации и не должна вызывать внутри нее локальных напряжений, которые могут привести к разрушению диска.

Дефектные диски (содержащие трещины, сколы на облучаемой поверхности, газовые пузырьки, зоны кристаллизации) при необходимости повторно расплавляют в соответствии с 6.2.2.2 и изготавливают из них новые диски по 6.2.2.3, что не влечет за собой потери прецизионности результатов анализа.

6.2.3 Приготовление таблетки

Таблетку толщиной не менее 3 мм получают из измельченной анализируемой пробы под прессом (5.2.3) с добавлением или без добавления связующего вещества (5.4.4). Добавление связующего вещества требуется при анализе горных пород и песчаных почв и необходимо во всех случаях, когда таблетка без связующего вещества рассыпается либо трескается.

6.2.4 Приготовление порошкообразной анализируемой пробы

Измельченную анализируемую пробу по 6.1.2 помещают в полую полиэтиленовую кювету, дно которой сформировано полиэтилентерефталатной пленкой.

6.2.5 Качество анализируемой пробы

6.2.5.1 Анализируемые пробы, полученный по 6.2.2—6.2.4, должны удовлетворять следующим требованиям:

- воспроизводить соотношение содержаний определяемых элементов в анализируемой пробе;
- быть однородными;
- иметь минимальный размер частиц (для таблеток и порошковых проб) не более 100 мкм в соответствии с 6.1.2;
- иметь толщину не менее 3 мм в соответствии 6.2.2.1, обеспечивающую выполнение условия бесконечной толщины пробы для используемых линий определяемых элементов [для плавленого (стекловидного) диска и таблетки];
- иметь бездефектную рабочую поверхность [для плавленого (стекловидного) диска и таблетки], которая должна быть плоской, однородной, гладкой и чистой.

6.2.5.2 Срок хранения анализируемой пробы в эксикаторе — не более года.

6.3 Получение градуировочных зависимостей для определяемых элементов

6.3.1 Градуировочные зависимости рентгенофлуоресцентного спектрометра для определяемых элементов получают с помощью проб, изготовленных из ГСО состава почв и силикатных горных пород.

Стандартные образцы должны быть близкими по составу к анализируемым пробам. При этом диапазон содержаний элементов в используемом комплекте стандартных образцов должен превышать определяемую область содержаний элементов в анализируемых пробах.

Допускается приготовление проб из смеси различных ГСО состава в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010.

6.3.2 Способы подготовки и приготовления анализируемой пробы и стандартного образца должны быть идентичны (см. 6.1, 6.2). Даже при небольших изменениях процедуры необходимо заново изготавливать пробы из всех стандартных образцов с учетом этих изменений.

6.3.3 Пробы стандартного образца состава, полученные по 6.2.2, 6.2.3 или 6.2.4, помещают в камеру для облучения рентгенофлуоресцентного спектрометра, не допуская их загрязнения, в том числе следует избегать прикосновений к поверхности подготовленных проб. Подготовленные пробы облучают и регистрируют спектр, как указано в руководстве по эксплуатации прибора. Для получения градуировочной зависимости используют не менее 10 образцов.

6.3.4 При помощи программного обеспечения используемого спектрометра получают градуировочную зависимость между интенсивностями спектральных линий и содержанием элементов в стандартных образцах состава.

6.3.5 Для проверки правильности анализа проводят определение химического состава пробы, изготовленной из стандартного образца, как образца неизвестного состава, в соответствии с ГОСТ 29269.

К определению химического состава анализируемой пробы приступают только в том случае, если расхождение между паспортным значением содержания элемента в стандартном образце и содержанием, полученным экспериментально, удовлетворяет требованиям таблиц 1—5 раздела 8 настоящего стандарта.

6.3.6 Контроль стабильности градуировочной зависимости проводят с использованием одного-двух стандартных образцов, применяемых для построения градуировочной зависимости.

Допустимое расхождение полученного значения с аттестованным не должно превышать:

10 отн. % при содержании определяемого элемента менее 0,5 % включ.;

8 отн. % при содержании определяемого элемента 0,5 %—5,0 % включ.;

5 отн. % при содержании определяемого элемента 5,0 %—20,0 % включ.;

2 отн. % при содержании определяемого элемента более 20 %.

6.3.7 При замене газа для проточно-пропорционального детектора или других компонентов рентгенофлуоресцентного спектрометра требуется проверка стабильности градуировочных зависимостей по 6.3.4. В случае необходимости выполняют повторное получение градуировочных зависимостей.

6.3.8 После первой градуировки рентгенофлуоресцентного спектрометра проводят проверку стабильности градуировочной функции по 6.3.6. Рекомендуется проводить такую проверку перед каждой новой серией анализов или как минимум один раз в день.

7 Проведение определения

7.1 Подготовленные анализируемые пробы, полученные по 6.2.2, 6.2.3 или 6.2.4, помещают в камеру для облучения рентгенофлуоресцентного спектрометра, не допуская его загрязнения, в том числе следует избегать прикосновений к поверхности пробы.

7.2 Пробы облучают и регистрируют спектр, как указано в руководстве по эксплуатации прибора. Современные рентгенофлуоресцентные спектрометры снабжены программным обеспечением для обработки результатов измерений, учета матричных эффектов, внесения поправок на взаимное влияние элементов, которые необходимо применять в соответствии с рекомендациями производителя.

7.3 Полученный спектр интенсивностей характеристической флуоресценции определяемых элементов обрабатывают с использованием программного обеспечения по предварительно установленным градуировочным зависимостям и устанавливают содержания оксидов макроэлементов, выраженные в массовых процентах, и содержания микроэлементов, выраженные в мг/кг образца.

7.4 Каждую пробу анализируют однократно, помещая ее в камеру для облучения рентгенофлуоресцентного спектрометра. Полученные результаты усредняют.

7.5 Для оценки уровня примесей во флюсе (плавне) перед использованием проводят его анализ, используя ту же процедуру пробоподготовки и те же количества реактивов, что и при анализе образцов почв.

8 Прецизионность

8.1 Повторяемость

Среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, проведенных в короткий промежуток времени в одной лаборатории одним исполнителем с использованием одной и той же аппаратуры на анализируемых пробах, отобранных от одной и той же лабораторной пробы, не должны отличаться более чем на величину предела повторяемости, указанную в таблицах 1—5.

8.2 Воспроизводимость

Среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, проведенных в двух разных лабораториях на анализируемых пробах, отобранных от одной и той же лабораторной пробы, не должны отличаться более чем на величину предела воспроизводимости, указанную в таблицах 1—5 в соответствии с ГОСТ 8.010.

Таблица 1 — Диапазон содержаний, пределы повторяемости и воспроизводимости и показатели точности для результатов определения макроэлементов в анализируемых пробах в виде таблеток на рентгенофлуоресцентном спектрометре с дисперсией по длине волны

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, % масс.	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности, %
SiO_2	20—90	$31{,}2\ C^{-0{,}50}$	$65{,}5\ C^{-0{,}51}$	$25{,}7\ C^{-0{,}51}$
Al_2O_3	0,5—30	$36{,}7\ C^{-0{,}51}$	$77{,}1\ C^{-0{,}51}$	$27{,}6\ C^{-0{,}51}$
CaO	1,0—30	$15{,}7\ C^{-0{,}50}$	$33{,}0\ C^{-0{,}50}$	$11{,}4\ C^{-0{,}50}$
MgO	1,0—30	$23{,}4\ C^{-0{,}48}$	$49{,}2\ C^{-0{,}48}$	$13{,}4\ C^{-0{,}48}$
K_2O	0,05—20	$6{,}1\ C^{-0{,}46}$	$12{,}8\ C^{-0{,}46}$	$3{,}9\ C^{-0{,}46}$
Na_2O	0,1—10	$16{,}5\ C^{-0{,}45}$	$34{,}8\ C^{-0{,}45}$	$11{,}6\ C^{-0{,}45}$
Fe_2O_3	0,5—30	$34{,}5\ C^{-0{,}42}$	$72{,}6\ C^{-0{,}42}$	$25{,}0\ C^{-0{,}49}$
P_2O_5	0,05—2	$6{,}0\ C^{-0{,}40}$	$12{,}7\ C^{-0{,}40}$	$4{,}2\ C^{-0{,}40}$
S	0,05—2	$7{,}0\ C^{-0{,}42}$	$14{,}7\ C^{-0{,}42}$	$5{,}5\ C^{-0{,}41}$
TiO_2	0,05—10	$9{,}1\ C^{-0{,}46}$	$19{,}2\ C^{-0{,}46}$	$6{,}4\ C^{-0{,}46}$
Cr_2O_3	0,01—1	$6{,}0\ C^{-0{,}41}$	$12{,}8\ C^{-0{,}41}$	$4{,}5\ C^{-0{,}41}$
MnO	0,01—1	$3{,}7\ C^{-0{,}49}$	$7{,}9\ C^{-0{,}49}$	$3{,}0\ C^{-0{,}49}$

Таблица 2 — Диапазон содержаний, пределы повторяемости и воспроизводимости и показатели точности для результатов определения макроэлементов в анализируемых пробах в виде таблеток на рентгенофлуоресцентном спектрометре с дисперсией по энергии

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, % масс.	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности, %
SiO_2	20—90	$34{,}0\ C^{-0{,}509}$	$71{,}6\ C^{-0{,}51}$	$26{,}9\ C^{-0{,}51}$
Al_2O_3	0,5—30	$39{,}75\ C^{-0{,}525}$	$83{,}5\ C^{-0{,}53}$	$24{,}2\ C^{-0{,}53}$
CaO	1,0—30	$16{,}8\ C^{-0{,}477}$	$30{,}3\ C^{-0{,}48}$	$10{,}2\ C^{-0{,}48}$

Окончание таблицы 2

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, % масс.	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности, %
MgO	1,0—30	$24{,}4\ C^{-0{,}482}$	$44{,}0\ C^{-0{,}48}$	$19{,}7\ C^{-0{,}48}$
K_2O	0,05—20	$10{,}6\ C^{-0{,}459}$	$22{,}4\ C^{-0{,}46}$	$6{,}9\ C^{-0{,}46}$
Na_2O	0,1—10	$20{,}4\ C^{-0{,}493}$	$42{,}9\ C^{-0{,}49}$	$13{,}3\ C^{-0{,}49}$
Fe_2O_3	0,5—30	$17{,}4\ C^{-0{,}505}$	$31{,}5\ C^{-0{,}51}$	$13{,}6\ C^{-0{,}51}$
P_2O_5	0,05—2	$11{,}7\ C^{-0{,}39}$	$24{,}6\ C^{-0{,}39}$	$7{,}5\ C^{-0{,}39}$
S	0,05—2	$14{,}6\ C^{-0{,}40}$	$30{,}7\ C^{-0{,}40}$	$11{,}4\ C^{-0{,}40}$
TiO_2	0,05—10	$11{,}5\ C^{-0{,}455}$	$24{,}3\ C^{-0{,}46}$	$7{,}3\ C^{-0{,}46}$
Cr_2O_3	0,01—1	$2{,}5\ C^{-0{,}434}$	$5{,}4\ C^{-0{,}43}$	$1{,}6\ C^{-0{,}43}$
MnO	0,01—1	$3{,}6\ C^{-0{,}52}$	$7{,}6\ C^{-0{,}52}$	$2{,}4\ C^{-0{,}52}$

Таблица 3 — Диапазон содержаний, пределы повторяемости и воспроизводимости и показатели точности для результатов определения макроэлементов в анализируемых пробах в виде сплавленных дисков на рентгенофлуоресцентном спектрометре с дисперсией по длине волны

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, % масс.	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности, %
SiO_2	20—90	$6{,}8\ C^{-0{,}509}$	$14{,}3\ C^{-0{,}51}$	$5{,}5\ C^{-0{,}51}$
Al_2O_3	0,5—30	$8{,}6\ C^{-0{,}473}$	$18{,}1\ C^{-0{,}47}$	$6{,}5\ C^{-0{,}47}$
CaO	0,1—20	$4{,}7\ C^{-0{,}485}$	$10{,}0\ C^{-0{,}49}$	$3{,}7\ C^{-0{,}49}$
MgO	0,1—30	$9{,}7\ C^{-0{,}482}$	$20{,}6\ C^{-0{,}48}$	$7{,}7\ C^{-0{,}48}$
K_2O	0,05—20	$4{,}8\ C^{-0{,}459}$	$10{,}2\ C^{-0{,}46}$	$3{,}3\ C^{-0{,}46}$
Na_2O	0,1—10	$10{,}5\ C^{-0{,}452}$	$22{,}2\ C^{-0{,}45}$	$7{,}3\ C^{-0{,}45}$
Fe_2O_3	0,1—30	$7{,}1\ C^{-0{,}506}$	$15{,}1\ C^{-0{,}51}$	$4{,}2\ C^{-0{,}51}$
P_2O_5	0,05—2	$6{,}3\ C^{-0{,}393}$	$13{,}4\ C^{-0{,}39}$	$4{,}0\ C^{-0{,}39}$
TiO_2	0,05—10	$4{,}8\ C^{-0{,}455}$	$10{,}1\ C^{-0{,}46}$	$3{,}7\ C^{-0{,}46}$
Cr_2O_3	0,01—1	$5{,}1\ C^{-0{,}418}$	$10{,}8\ C^{-0{,}42}$	$4{,}1\ C^{-0{,}42}$
MnO	0,01—1	$3{,}7\ C^{-0{,}493}$	$7{,}9\ C^{-0{,}49}$	$2{,}5\ C^{-0{,}49}$

Таблица 4 — Диапазон содержаний, пределы повторяемости и воспроизводимости и показатели точности для результатов определения макроэлементов в анализируемых пробах в виде сплавленных дисков на рентгенофлуоресцентном спектрометре с дисперсией по энергии

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, % масс.	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности, %
SiO_2	20—90	$8{,}5\ C^{-0{,}45}$	$14{,}7\ C^{-0{,}48}$	$7{,}7\ C^{-0{,}48}$
Al_2O_3	0,5—30	$12{,}5\ C^{-0{,}48}$	$7{,}2\ C^{-0{,}49}$	$3{,}7\ C^{-0{,}49}$
CaO	0,1—20	$12{,}6\ C^{-0{,}502}$	$10{,}8\ C^{-0{,}51}$	$4{,}2\ C^{-0{,}51}$
MgO	0,1—40	$27{,}6\ C^{-0{,}516}$	$12{,}9\ C^{-0{,}47}$	$6{,}5\ C^{-0{,}47}$
K_2O	0,05—20	$5{,}6\ C^{-0{,}476}$	$15{,}8\ C^{-0{,}45}$	$7{,}3\ C^{-0{,}45}$
Na_2O	0,1—20	$44{,}6\ C^{-0{,}815}$	$10{,}2\ C^{-0{,}51}$	$5{,}5\ C^{-0{,}51}$

Окончание таблицы 4

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, % масс.	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Показатель точности, %
Fe_2O_3	1,0—30	8,4 $C^{-0,499}$	5,6 $C^{-0,49}$	2,5 $C^{-0,49}$
P_2O_5	0,05—2	9,4 $C^{-0,385}$	7,3 $C^{-0,46}$	3,3 $C^{-0,46}$
TiO_2	0,05—10	6,8 $C^{-0,444}$	9,6 $C^{-0,39}$	4,0 $C^{-0,39}$
Cr_2O_3	0,01—1	7,9 $C^{-0,493}$	7,2 $C^{-0,46}$	3,7 $C^{-0,46}$
MnO	0,01—1	3,9 $C^{-0,513}$	7,7 $C^{-0,42}$	4,1 $C^{-0,42}$

Таблица 5 — Диапазон содержаний, пределы повторяемости и воспроизводимости и показатели точности для результатов определения микроэлементов в анализируемых пробах в виде таблеток и порошков на рентгенофлуоресцентном спектрометре с дисперсией по длине волны или энергии

Определяемый элемент (оксид)	Диапазон содержаний, мг/кг	Предел повторяемости *r*, %	Предел воспроизводимости *R*, %	Показатель точности, %
As	10,0—200	129, $C^{-0,499}$	271,3 $C^{-0,50}$	101,0 $C^{-0,50}$
Ni	10,0—4000	211, $C^{-0,492}$	443,8 $C^{-0,49}$	151,0 $C^{-0,49}$
Cu	10,0—1000	100, $C^{-0,493}$	210,6 $C^{-0,49}$	60,6 $C^{-0,49}$
Cd	10,0—1000	110,2 $C^{-0,494}$	231,6 $C^{-0,49}$	77,6 $C^{-0,49}$
Zn	10,0—1000	123,8 $C^{-0,491}$	260,1 $C^{-0,49}$	92,4 $C^{-0,49}$
Pb	10,0—200	139,0 $C^{-0,489}$	292,1 $C^{-0,49}$	80,5 $C^{-0,49}$
Sr	10,0—4000	131,7 $C^{-0,504}$	276,7 $C^{-0,50}$	101,4 $C^{-0,50}$
Zr	10,0—2000	146,6 $C^{-0,492}$	307,9 $C^{-0,49}$	112,3 $C^{-0,49}$
Rb	10,0—2000	97,3 $C^{-0,49}$	204,5 $C^{-0,49}$	76,0 $C^{-0,49}$
Ga	10,0—200	119,2 $C^{-0,49}$	250,4 $C^{-0,49}$	69,4 $C^{-0,49}$
Nb	10,0—200	126,7 $C^{-0,50}$	266,1 $C^{-0,49}$	104,5 $C^{-0,49}$
Br	10,0—1000	140,1 $C^{-0,51}$	294,0 $C^{-0,49}$	85,8 $C^{-0,49}$
Y	10,0—200	147,5 $C^{-0,499}$	309,8 $C^{-0,50}$	111,5 $C^{-0,50}$

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:
- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- ссылку на настоящий стандарт;
- наименование лаборатории, проводившей определение, и дату проведения определения;
- полученный(е) результат(ы) определения;
- тип и параметры спектрометра;
- любые особенности, замеченные во время определения, которые могли повлиять на результат.

УДК 631.423:006.354 МКС 13.080.10

Ключевые слова: почвы, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, макроэлементы, оксиды (SiO_2, Al_2O_3, CaO, MgO, K_2O, Na_2O, Fe_2O_3, P_2O_5, SO_3, TiO_2, Cr_2O_3, MnO), микроэлементы

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 06.05.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru