ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57162— 2016

ВОДА

Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией

(ISO 15586:2003, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» совместно с Закрытым акционерным обществом «РОСА» и Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 октября 2016 № 1410-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 15586:2003 «Качество воды. Определение микроэлементов методом атомной абсорбционной спектрометрии с применением графитовой печи» (ISO 15586:2003 «Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 25 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Мешающие влияния 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 3
6 Требования к условиям измерений 4
7 Подготовка к проведению измерений 4
8 Отбор и подготовка проб 8
9 Порядок проведения измерений 9
10 Обработка результатов измерений 10
11 Метрологические характеристики 11
12 Контроль качества результатов измерений 13
13 Оформление результатов измерений 13
Приложение А (рекомендуемое) Проверка значимости влияния матрицы пробы 14
Приложение Б (справочное) Режимы проведения измерений 15
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных сравнительных испытаний 16

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА

Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией

Water. Determination of elements content by graphite furnace atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую (в том числе расфасованную в емкости), природную (поверхностную и подземную) и сточную (в том числе очищенную) воду и устанавливает метод определения содержания алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, титана, хрома и цинка атомно-абсорбционной спектрометрией с электротермической атомизацией в диапазонах значений массовой концентрации (включая верхнюю границу):

алюминий	— от 0,01 до 10 мг/дм^3;	мышьяк	— от 0,005 до 5 мг/дм^3;
барий	— от 0,01 до 20 мг/дм^3;	никель	— от 0,005 до 5 мг/дм^3;
бериллий	— от 0,0001 до 0,2 мг/дм^3;	олово	— от 0,005 до 10 мг/дм^3;
ванадий	— от 0,005 до 5 мг/дм^3;	свинец	— от 0,002 до 5 мг/дм^3;
висмут	— от 0,005 до 10 мг/дм^3;	селен	— от 0,002 до 5 мг/дм^3;
железо	— от 0,04 до 25 мг/дм^3;	серебро	— от 0,0005 до 5 мг/дм^3;
кадмий	— от 0,0001 до 5 мг/дм^3;	сурьма	— от 0,005 до 10 мг/дм^3;
кобальт	— от 0,002 до 5 мг/дм^3;	титан	— от 0,1 до 50 мг/дм^3;
марганец	— от 0,001 до 5 мг/дм^3;	хром	— от 0,002 до 10 мг/дм^3;
медь	— от 0,001 до 5 мг/дм^3;	цинк	— от 0,001 до 50 мг/дм^3.
молибден	— от 0,001 до 20 мг/дм^3;		

Метод также применим для определения указанных элементов в атмосферных осадках. Определение элементов в морских водах, а также в минеральных водах возможно только после разбавления водой для анализа до общего содержания растворенных веществ (солей) не более 2 г/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

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

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 11125—84 Реактивы. Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Реактивы. Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

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

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

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 32220—2013 Вода питьевая, расфасованная в емкости. Общие технические условия

ГОСТ Р 8.736—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО 15587-1—2014 Вода. Минерализация смесью соляной и азотной кислот для определения некоторых элементов

ГОСТ Р ИСО 15587-2—2014 Минерализация азотной кислотой для определения некоторых элементов

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 56237—2014 (ИСО 5665-5:2006) Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся при атомизации пробы в графитовой кювете атомно-абсорбционного спектрометра.

Подготовка пробы к измерениям заключается в разрушении органических веществ и переводе элементов в растворенное состояние обработкой кислотами и окислителями (далее — минерализация).

4 Мешающие влияния

Подготовленные пробы, особенно пробы сточных вод, могут содержать значительные количества веществ, оказывающих негативное влияние на результаты измерений. При высоком содержании хлоридов может происходить занижение результатов вследствие потерь элементов на стадии пиролиза за счет образования летучих соединений. Матричные эффекты могут быть полностью или частично устранены за счет оптимизации температурной программы, а также за счет использования кювет с

пиролитическим покрытием или кювет с платформой, модификаторов матрицы, коррекции фона и минерализации проб.

Проверка значимости влияния матрицы пробы — согласно приложению А.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Спектрометр или спектрофотометр атомно-абсорбционный (далее — прибор) любого типа, имеющий рабочий спектральный диапазон от 190 до 600 нм, с электротермическим атомизатором (графитовой кюветой) с системой коррекции фона, снабженный необходимыми источниками излучения — лампами с полым катодом или безэлектродными высокочастотными лампами, автосемплером (при наличии технической возможности) и графитовыми кюветами с пиролитическим покрытием.

Стандартные образцы (СО) утвержденного типа состава растворов определяемых элементов с аттестованным значением массовой концентрации 1000 мг/дм^3 (1 г/дм^3) и погрешностью аттестованного значения не более ±2 %.

Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2, 1-500-2 или любого другого исполнения по ГОСТ 1770.

Дозаторы пипеточные переменного объема вместимостью от 5 до 50 или от 10 до 100 мм^3.

Дозаторы пипеточные вместимостью от 100 до 1000 мм^3.

Пипетки градуированные 1-1-2-0,5; 1-1-2-1; 1-1-2-5 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой 1-2-5 или других исполнений по ГОСТ 29169.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г.

Сосуды для хранения и транспортировки проб воды из полипропилена, полиэтилена или фторопласта, например полифторэтиленпропилена (FEP), с навинчивающимися крышками. Материал сосудов и крышки не должны вызывать загрязнения проб элементами и по возможности быть бесцветным.

Устройства, применяемые при минерализации проб (в зависимости от способа минерализации) по ГОСТ Р ИСО 15587-1 и ГОСТ Р ИСО 15587-2.

Баня песчаная любого типа или плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру от 2 °С до 8 °С.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908 или стеклянные термостойкие любого исполнения вместимостью 150 или 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические термостойкие вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Фильтры мембранные с размером пор 0,45 и 5,0 мкм.

Устройство для фильтрования проб через мембранные фильтры, выполненное из стекла или пластика без применения металлических частей.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Примечание — Материал фильтров не должен загрязнять растворы элементами, что проверяют путем анализа фонового раствора для градуировки (см. 7.3.3.5). При необходимости фильтры очищают промыванием раствором азотной кислоты по 7.3.2 и затем несколько раз водой для анализа, устройство для фильтрования очищают согласно 7.1.

Универсальная индикаторная бумага.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, или вода бидистиллированная или вода деионизованная, или вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501, или вода, полученная с помощью установки для получения воды высокой степени чистоты (далее — вода для анализа). Качество воды для анализа проверяют согласно 7.2.

Азотная кислота концентрированная по ГОСТ 11125, ос. ч. — для приготовления растворов и подготовки проб; по ГОСТ 4461, х. ч. — для подготовки посуды (см. 7.1).

Примечание — Если концентрированная азотная кислота содержит значимые количества определяемых элементов, ее очищают методом суббойлерной перегонки. Перегонку следует проводить в вытяжном шкафу.

Соляная кислота концентрированная по ГОСТ 14261, ос. ч.

Примечание — Если концентрированная соляная кислота содержит значимые количества определяемых элементов, ее очищают методом суббойлерной перегонки. Перегонку следует проводить в вытяжном шкафу.

Водорода пероксид, массовая доля 30 % по ГОСТ 10929, х. ч.
Раствор нитрата палладия массовой концентрации 10 г/дм^3.
Нитрат магния шестиводный по ГОСТ 11088, ч. д. а.
Аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771, х. ч.
Аргон газообразный высокой чистоты (массовая доля основного вещества не менее 99,99 %).

6 Требования к условиям измерений

6.1 При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

6.2 Приготовление растворов проводят при температуре окружающей среды от 15 °С до 25 °С.

6.3 Все растворы, если это не оговорено особо, следует хранить при комнатной температуре в закрытых емкостях из полимерных материалов.

6.4 Лаборатории, проводящие измерения, включая требования к испытателям, должны соответствовать требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка посуды

Всю используемую для отбора, хранения, транспортирования и анализа проб посуду промывают раствором азотной или соляной кислоты по 7.3.1, затем большим количеством водопроводной и (или) дистиллированной воды и ополаскивают водой для анализа. Не допускается обрабатывать посуду смесями, содержащими соединения хрома.

Сильно загрязненную посуду (например, посуду, в которой хранились пробы с высоким содержанием элементов) отмывают принятым в лаборатории способом, а затем замачивают в растворе азотной или соляной кислоты по 7.3.1 на 24 ч, после чего ополаскивают водой для анализа не менее трех раз. Части изделий, выполненные из полиамида (например, крышки в оборудовании для отбора проб), перед замачиванием в кислоте удаляют.

7.2 Контроль качества реактивов и материалов

Для контроля чистоты воды для анализа и азотной кислоты проводят измерения фонового раствора для градуировки, приготовленного по 7.3.2, в условиях по 7.4.1. Результаты контроля считают положительными, если массовая концентрация определяемого элемента в этом растворе меньше нижней границы установленного диапазона измерений. При неудовлетворительных результатах контроля находят и устраняют причины загрязнений воды для анализа, либо принимают дополнительные меры по ее очистке. При необходимости азотную кислоту дополнительно очищают (см. 5).

Для проверки чистоты лабораторной посуды, всех используемых реактивов и материалов проводят измерения холостой пробы (см. 8.2) по 9.4. При положительных результатах контроля массовая концентрация элемента в холостой пробе должна быть меньше нижней границы установленного диапазона измерений. В противном случае используют реактивы и материалы более высокой чистоты или проводят их дополнительную очистку.

7.3 Приготовление растворов

Все растворы, за исключением растворов, предназначенных для подготовки посуды, готовят с применением воды для анализа, качество которой проверено предварительно (см. 7.2).

7.3.1 Растворы азотной и соляной кислоты, разбавленной в объемном соотношении 1:1 (для подготовки посуды)

Один объем концентрированной азотной или соляной кислоты добавляют при перемешивании к одному объему дистиллированной воды.

Срок хранения раствора не ограничен.

7.3.2 Раствор азотной кислоты объемной доли 0,5 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают приблизительно 500 см^3 воды для анализа, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и разбавляют водой для анализа до метки.

Срок хранения раствора — 3 мес.

Проверяют чистоту приготовленного раствора согласно 7.2 и при необходимости готовят заново, используя дополнительно очищенную воду и (или кислоту). Перед использованием ранее приготовленного раствора также проверяют его чистоту и при обнаружении загрязнений готовят заново.

7.3.3 Приготовление растворов элементов

7.3.3.1 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 10 мг/дм^3

Используя пипетку или дозатор, переносят 1 см^3 стандартного образца состава водного раствора элемента в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 7.3.2.

Срок хранения растворов, кроме раствора серебра — 2 мес при температуре от 2 °С до 8 °С. Раствор серебра хранят в сосуде из темного стекла не более 14 сут при температуре от 2 °С до 8 °С.

7.3.3.2 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 1 мг/дм^3

Используя пипетку или дозатор, переносят 5 см^3 раствора элемента массовой концентрации 10 мг/дм^3 по 7.3.3.1 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 7.3.2.

Срок хранения растворов, кроме раствора серебра — 1 мес при температуре от 2 °С до 8 °С. Срок хранения раствора серебра в сосуде из темного стекла не более 7 сут при температуре от 2 °С до 8 °С.

Примечание — Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объема мерной колбы и аликвоты раствора элемента массовой концентрации 10 мг/дм^3.

7.3.3.3 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 100 мкг/дм^3

Используя пипетку или дозатор, переносят 5 см^3 раствора элемента массовой концентрации 1 мг/дм^3 по 7.3.3.2 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 7.3.2.

Срок хранения растворов, кроме раствора серебра — 7 сут при температуре от 2 °С до 8 °С. Срок хранения раствора серебра — 2 сут при температуре от 2 °С до 8 °С в сосуде из темного стекла.

Примечание — Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объема мерной колбы и аликвоты раствора элемента массовой концентрации 1 мг/дм^3.

7.3.3.4 Приготовление градуировочных растворов элементов

Градуировочные растворы элементов готовят из растворов элементов по 7.3.3.1—7.3.3.3. Например, для приготовления серии градуировочных растворов массовой концентрации элемента 2; 4; 6; 8 и 10 мкг/дм^3 отбирают пипеткой или дозатором 200; 400; 600; 800 и 1000 мм^3 раствора данного элемента массовой концентрации 1 мг/дм^3 (см. 7.3.3.2) и помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3. Содержимое колб разбавляют до метки раствором азотной кислоты по 7.3.2.

Растворы используют в день приготовления.

Допускается приготовление градуировочных растворов в автосемплере прибора.

7.3.3.5 Фоновый раствор для градуировки

Фоновым раствором для градуировки является раствор азотной кислоты по 7.3.2.

7.3.4 Приготовление модификаторов матрицы

7.3.4.1 Раствор смеси нитрата палладия и нитрата магния

Смешивают один объем раствора нитрата палладия массовой концентрации 10 г/дм^3 (см. 5) с двумя объемами раствора нитрата магния, приготовленного растворением 0,259 г нитрата магния шестиводного в 100 см^3 воды для анализа.

Массовая концентрация палладия в этом растворе составляет 1,5 г/дм^3, массовая концентрация нитрата магния 1 г/дм^3 (в пересчете на безводную соль).

Допускается использовать готовую смесь аналогичного состава, либо использовать при приготовлении раствора готовый матричный модификатор — раствор нитрата магния с массовой концентрацией магния 10 г/дм^3. В последнем случае для приготовления 100 см^3 приведенного выше раствора нитрата магния потребуется 2,4 см^3 модификатора.

Срок хранения — 6 мес.

7.3.4.2 Раствор нитрата магния массовой концентрации 5 г/дм^3

Растворяют 0,865 г нитрата магния шестиводного в 100 см^3 воды для анализа.

Срок хранения раствора — 3 мес.

Примечание — Допускается использование готового модификатора матрицы — раствора нитрата магния с массовой концентрацией магния 10 г/дм^3. Для приготовления 100 см^3 раствора потребуется 8,1 см^3 готового модификатора.

7.3.4.3 Раствор аммония фосфорнокислого однозамещенного массовой концентрации 20 г/дм^3

Растворяют 2,0 г аммония фосфорнокислого однозамещенного в 100 см^3 воды для анализа.

Срок хранения раствора — 1 мес.

Примечание — Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объема воды для анализа и массы аммония фосфорнокислого однозамещенного.

7.3.4.4 Раствор смеси аммония фосфорнокислого однозамещенного и нитрата магния

Растворяют 2,0 г дигидрофосфата аммония $NH_4H_2PO_4$ и 0,173 г нитрата магния шестиводного в 100 см^3 воды для анализа. Массовая концентрация дигидрофосфата аммония в этом растворе составляет 20 г/дм^3, массовая концентрация нитрата магния 1 г/дм^3 (в пересчете на безводную соль).

Срок хранения раствора — 1 мес.

Примечания

1 Допускается приготовление меньшего объема раствора путем пропорционального уменьшения объемов воды для анализа массы аммония фосфорнокислого однозамещенного и нитрата магния шестиводного.

2 Допускается использование готового модификатора матрицы — раствора нитрата магния с массовой концентрацией магния 10 г/дм^3. Для приготовления 100 см^3 раствора потребуется 1,6 см^3 готового модификатора.

7.4 Подготовка прибора к работе

7.4.1 Подготовка прибора к работе согласно Руководству по эксплуатации. Устанавливают источники света и режимы измерений для определения конкретных элементов. Для каждого типа приборов оптимальные режимы измерений подбирают экспериментально в соответствии с Руководством по эксплуатации. Примеры режимов измерений при определении элементов приведены в приложении Б. Режим измерений при измерении градуировочных растворов, включая фоновый, и подготовленных проб (см. 9.2), в том числе количество модификатора матрицы (см. 9.5) должны быть идентичными.

7.4.2 С целью устранения загрязнений графитовой кюветы определяемым элементом перед началом измерений градуировочных растворов, подготовленных проб и холостых проб проводят ее отжиг по программе для данного элемента, добиваясь при этом снижения значения выходного сигнала прибора. Отжиг также рекомендуется проводить при переходе от анализа проб с высоким содержанием определяемого элемента к более чистым пробам.

7.4.3 При проведении измерений над атомизатором должна быть расположена вытяжная вентиляция для удаления дыма и паров, которые могут быть вредными для здоровья.

7.5 Градуировка прибора

7.5.1 Для градуировки прибора используют фоновый раствор для градуировки (см. 7.3.3.5) и от трех до пяти градуировочных растворов (см. 7.3.3.4) в требуемом диапазоне массовой концентрации элемента. Рекомендуется проведение градуировки прибора в диапазонах, приведенных в таблице 1, однако во всех случаях следует руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора.

Таблица 1 — Рекомендуемые диапазоны градуировочной характеристики

Элемент	Длина волны, нм	Диапазон градуировочной характеристики, мг/дм^3
Ag	328,1	От 0,0005 до 0,02 включ.
Al	309,6	От 0,01 до 0,1 включ.
As	193,7	От 0,005 до 0,05 включ.
Ba	553,6	От 0,01 до 0,2 включ.
Be	234,9	От 0,0001 до 0,004 включ.
Bi	223,1	От 0,005 до 0,1 включ.
Cd	228,8	От 0,0001 до 0,005 включ.
Co	240,7	От 0,002 до 0,05 включ.
Cr	357,9	От 0,002 до 0,05 включ.

Окончание таблицы 1

Элемент	Длина волны, нм	Диапазон градуировочной характеристики, мг/дм^3
Cu	324,7	От 0,001 до 0.05 включ.
Fe	248,3	От 0,04 до 0,25 включ.
Mn	279,5	От 0,001 до 0,05 включ.
Mo	313,3	От 0,001 до 0,05 включ.
Ni	232,0	От 0,005 до 0,05 включ.
Pb	283,3	От 0,002 до 0,05 включ.
Sb	217,6	От 0,005 до 0,1 включ.
Se	196,0	От 0,002 до 0,05 включ.
Sn	286,3	От 0,005 до 0,1 включ.
Ti	364,3	От 0,1 до 0,5 включ.
V	318,4	От 0,005 до 0,05 включ.
Zn	213,9	От 0,001 до 0,05 включ.

Фоновый раствор для градуировки и каждый градуировочный раствор вводят в графитовую кювету не менее двух раз и измеряют значение интегральной абсорбции для каждого ввода аналогично подготовленным пробам (см. 9.2). Объем дозирования выбирают в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. Как правило, сначала вводят фоновый раствор для градуировки, а затем градуировочные растворы в порядке возрастания массовой концентрации элемента.

Для каждого раствора находят среднее арифметическое полученных значений интегральной абсорбции. Из полученных значений вычитают значение для фонового раствора для градуировки. При помощи программного обеспечения к прибору устанавливают градуировочную характеристику как зависимость среднего арифметического значения интегральной абсорбции (за вычетом значения для фонового раствора) от массовой концентрации элемента.

Проверяют приемлемость градуировочной характеристики, используя коэффициент корреляции (должен быть не менее 0,99), а также дополнительные критерии в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. Поскольку диапазон линейности градуировочной характеристики зависит от типа используемого прибора, то при неудовлетворительных результатах проверки приемлемости уточняют верхнюю границу диапазона и соответствующим образом изменяют весь диапазон.

Примечание — При наличии соответствующей опции в программном обеспечении к прибору допускается использование нелинейных функций для аппроксимации градуировочной характеристики.

7.5.2 При использовании приборов некоторых типов допускается ввод различных объемов одного и того же градуировочного раствора из диапазона, приведенного в таблице 1, например, соответствующего верхней границе диапазона. Массовую концентрацию градуировочного раствора и диапазон объемов дозирования выбирают в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

Всего должно быть выбрано не менее трех значений объема дозирования. В качестве фонового значения используют значение интегральной абсорбции, полученное без ввода градуировочного раствора. Каждый объем градуировочного раствора вводят в графитовую кювету не менее двух раз и измеряют значение интегральной абсорбции для каждого ввода.

Для фонового значения и каждого объема дозирования находят среднее арифметическое полученных значений интегральной абсорбции и из полученных значений для каждого объема дозирования вычитают среднее арифметическое значение для фона. При помощи программного обеспечения к прибору устанавливают градуировочную характеристику как зависимость среднеарифметического значения интегральной абсорбции (за вычетом фонового значения) от массы элемента. В этом случае в программном обеспечении должно быть предусмотрено выражение результатов измерений проб (см. 9.2) в единицах массовой концентрации.

Проверяют приемлемость градуировочной характеристики аналогично 7.5.1.

7.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют не менее чем через каждые 20 анализируемых подряд проб воды. С этой целью измеряют массовую концентрацию элемента в контрольным растворе. Рекомендуется использовать контрольный раствор, в котором массовая концентрация элемента близка к значениям для анализируемых проб. Контрольный раствор готовят аналогично градуировочным растворам.

Измеряют интегральную абсорбцию элемента в контрольном растворе как при анализе проб (см. 9.2) и, используя градуировочную характеристику, вычисляют массовую концентрацию элемента в контрольном растворе, $C_к$, мкг/дм^3.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется условие

$$100\left|C - C_к\right| \le 0{,}5 \cdot \delta \cdot C_к, \qquad (1)$$

где $C_к$ — принятое значение массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мкг/дм^3;

C — измеренное значение массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мкг/дм^3;

δ — границы относительной погрешности, для доверительной вероятности P = 0,95 соответствующие значению массовой концентрации элемента в контрольном растворе (таблица 3), %.

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

8 Отбор и подготовка проб

8.1 Отбор и консервирование проб

8.1.1 Отбор проб воды проводят по ГОСТ 31861, ГОСТ Р 56237 и ГОСТ 17.1.5.05. Конструкция устройства для отбора проб должна исключать возможность контакта пробы с металлическими частями. Части, контактирующие с пробой, должны быть выполнены из пластика, не загрязняющего пробу элементами и допускающего очистку разбавленной соляной или азотной кислотой. Объем отбираемой пробы должен составлять не менее 100 см^3.

8.1.2 Пробу анализируемой воды консервируют, если ее анализ проводят позднее чем через 6 ч после отбора. Для консервации к пробе добавляют (желательно сразу при поступлении в лабораторию) концентрированную азотную кислоту из расчета 5 см^3 кислоты на 1000 см^3 пробы. При этом pH законсервированной пробы должен быть менее двух (контроль по универсальной индикаторной бумаге). При консервировании проб с высокой щелочностью может потребоваться дополнительное количество кислоты.

8.1.3 Пробы, не подвергавшиеся консервации, подкисляют согласно 8.1.2 и выдерживают до начала анализа, по крайней мере, 2 ч.

8.1.4 Если требуется определение только растворенных форм элементов, то пробу анализируемой воды как можно скорее после отбора, но не позднее, чем через 4 ч, фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм (см. 5). Отфильтрованную пробу анализируемой воды подкисляют (консервируют) согласно 8.1.2. При фильтровании следует избегать контакта пробы с металлическими частями аппаратуры. Для уменьшения риска загрязнения пробы фильтрование под давлением предпочтительнее, чем фильтрование под вакуумом.

8.1.5 Срок хранения законсервированных проб при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 мес. Проба не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света.

8.2 Подготовка проб воды и холостой пробы

Подготовку проб воды проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 15587-1, ГОСТ Р ИСО 15587-2.

В кварцевый или стеклянный термостойкий стакан вместимостью 150 или 250 см^3 вносят цилиндром аликвоту V_1 = 100 см^3 пробы воды, законсервированной по 8.1.2 или подкисленной по 8.1.3, добавляют 1 см^3 концентрированной азотной кислоты и 1 см^3 пероксида водорода и выпаривают до получения влажного осадка, не допуская высушивания пробы. Влажный осадок обрабатывают 0,5 см^3 концентрированной азотной кислоты и небольшим количеством (от 15 до 20 см^3) воды для анализа, растворяют его, количественно переносят в мерную колбу вместимостью V_2 = 100 см^3 и доводят до метки водой для анализа.

Если подготовленная проба содержит осадок или взвесь, видимую невооруженным глазом, то такую пробу в зависимости от дисперсности и размеров частиц образовавшегося в ней осадка (взвеси) фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 или 5,0 мкм или обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата (от 10 до 15 $см^3$). Фильтрование может быть заменено центрифугированием.

Одновременно аналогичным образом подготавливают холостую пробу, заменяя пробу воды на такой же объем воды для анализа.

Примечания

1 Допускается не проводить обработку проб по ГОСТ Р ИСО 15587-1 или ГОСТ Р ИСО 15587-2, если установлено, что результаты анализа необработанной и обработанной проб различаются между собой незначимо. Эта обработка, как правило, не требуется для питьевых и неокрашенных природных вод, в которых отсутствует видимый невооруженным глазом осадок или взвесь, а также при определении растворенных форм элементов.

2 При обработке проб азотной кислотой в открытых сосудах рекомендуется добавлять от 1 до 3 $см^3$ пероксида водорода, что способствует более полному разрушению органических веществ, содержащихся в пробе.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Подготавливают прибор к работе согласно 7.4.

9.2 При помощи дозатора не менее двух раз дозируют аликвоту пробы, подготовленной по 8.2, в графитовую кювету прибора и нагревают в соответствии с температурной программой, которая включает следующие стадии: сушку, пиролиз (озоление), атомизацию и очистку кюветы. По результатам каждого ввода регистрируют значение интегральной абсорбции, при этом полученные значения должны быть в пределах диапазона градуировочной характеристики прибора.

9.3 Если измеренное значение интегральной абсорбции превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то подготовленную пробу разбавляют раствором азотной кислоты по 7.3.2 и сразу же проводят измерения согласно 9.2. Коэффициент разбавления вычисляют по формуле

$$f = \frac{V_к}{V_a}, \qquad (2)$$

где $V_к$ — вместимость мерной колбы, использованной при разбавлении подготовленной пробы, $см^3$;

V_a — объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления, $см^3$.

Вместо разбавления могут быть использованы альтернативные длины волн с меньшей чувствительностью, например 307,6 нм для цинка, 271,9, 305,9 или 372,0 нм для железа, 257,4 нм для алюминия.

9.4 Измеряют значение интегральной абсорбции для холостой пробы (см. 8.2.2) аналогично 9.2.

9.5 Для устранения мешающих влияний матрицы пробы рекомендуется использовать модификаторы матрицы, которые позволяют повысить температуры пиролиза до значений, при которых происходит разрушение большинства мешающих веществ.

В таблице 2 приведен ряд рекомендуемых модификаторов. Допустимо использование и других модификаторов, если доказана их применимость для определения конкретного элемента или группы элементов.

Таблица 2 — Рекомендуемые модификаторы матрицы

Элемент	Модификатор (см. 7.3.4.1—7.3.4.4)	Масса, мкг*)
Ag	Pd + $Mg(NO_3)_2$ или $NH_4H_2PO_4$	15 + 10 200
Al	Pd + $Mg(NO_3)_2$ или $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 50
As	Pd + $Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Ba	Лантан в форме хлорида	50
Be	$Mg(NO_3)_2$	50

Окончание таблицы 2

Элемент	Модификатор (см. 7.3.4.1—7.3.4.4)	Масса, мкг*)
Bi	$Pd + Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Cd	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $NH_4H_2PO_4 + Mg(NO_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Co	$Mg(NO_3)_2$	50
Cr	$Mg(NO_3)_2$	50
Cu	$Pd + Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Fe	$Mg(NO_3)_2$	50
Mn	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 50
Mo	Модификатор не требуется	—
Ni	$Mg(NO_3)_2$	50
Pb	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $NH_4H_2PO_4 + Mg(NO_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Sb	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или Никель (в форме нитрата)	15 + 10 20
Se	$Pd + Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Sn	$Pd + Mg(NO_3)_2$	15 + 10
Ti	Модификатор не требуется	—
V	Модификатор не требуется	—
Zn	$Pd + Mg(NO_3)_2$ или $Mg(NO_3)_2$	15 + 10 6

*) Приведенные массы модификаторов являются рекомендуемыми и соответствуют объему 10 мм^3 модификатора. Следует руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора.

Модификаторы матрицы вводят как при измерении подготовленных проб, так и при измерении градуировочных растворов и холостых проб. Для введения количества модификатора, рекомендованного в таблице 2, требуется 10 мм^3 соответствующего раствора (см. 7.3.4.1—7.3.4.4). Раствор вводят дозатором или автосемплером непосредственно в графитовую кювету перед дозированием подготовленной пробы. Допускается добавлять модификатор непосредственно в подготовленную пробу, градуировочные растворы и холостую пробу и затем дозировать в графитовую кювету.

9.6 Для легко- и среднелетучих элементов допускается использование кювет с платформой, относительно применения которых следует руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Используя градуировочную характеристику, установленную по 7.5, при помощи программного обеспечения к прибору вычисляют значения массовой концентрации элемента в подготовленных пробах воды (исходных или разбавленных по 9.3) и холостых пробах (см. 8.2) для каждого ввода (см. 9.2).

10.2 Находят среднеарифметическое значений, полученных по 10.1 для всех вводов и принимают его за массовую концентрацию элемента в подготовленной пробе — исходной или разбавленной по 9.3 ($C_{пр}$, мкг/дм^3) или холостой пробе ($C_{хол}$, мкг/дм^3).

10.3 Массовую концентрацию элемента в пробе воды (X, мг/дм^3) вычисляют при помощи программного обеспечения к прибору или по формуле

$$X = 0{,}001 \cdot (C_{пр} \cdot f - C_{хол}) \cdot \frac{V_1}{V_2}, \quad (3)$$

где $C_{пр}$ — массовая концентрация элемента в подготовленной пробе по 10.2, мкг/дм^3;
$C_{хол}$ — массовая концентрация элемента в холостой пробе по 10.2, мкг/дм^3;
f — коэффициент разбавления пробы по 9.3;
V_1 — объем аликвоты пробы анализируемой воды, отобранной по 8.2, см^3;
V_2 — объем пробы, подготовленный по 8.2, см^3;
0,001 — коэффициент согласования размерности единиц массы.

Если минерализацию не проводят, то принимают, что $V_1 = V_2$.

Примечание — При подготовке пробы по ГОСТ Р ИСО 15587-1 и ГОСТ Р ИСО 15587-2 обычно V_1 равен 25 см^3, а V_2 составляет 50 или 100 см^3.

11 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) ± δ, %
Алюминий	От 0,01 до 0,1 включ.	34	49	35
	Св. 0,1 до 10 включ.	18	28	20
Барий	От 0,01 до 0,2 включ.	28	42	30
	Св. 0,2 до 20 включ.	18	28	20
Бериллий	От 0,0001 до 0,0005 включ.	28	70	50
	Св. 0,0005 до 0,2 включ.	34	49	35
Ванадий	От 0,005 до 0,01 включ.	42	56	40
	Св. 0,01 до 5 включ.	18	28	20
Висмут	От 0,005 до 0,05 включ.	28	42	30
	Св. 0,05 до 10 включ.	18	28	20
Железо	От 0,04 до 0,2 включ.	24	34	25
	Св. 0,2 до 25 включ.	17	25	18
Кадмий	От 0,0001 до 0,0005 включ.	34	49	35
	Св. 0,0005 до 0,005 включ.	24	34	25
	Св. 0,005 до 5 включ.	17	25	18
Кобальт	От 0,002 до 0,01 включ.	34	49	35
	Св. 0,01 до 5 включ.	18	28	20

Окончание таблицы 3

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95) ± δ, %
Марганец	От 0,001 до 0,02 включ.	24	34	25
	Св. 0,02 до 5 включ.	17	25	18
Медь	От 0,001 до 0,01 включ.	42	56	40
	Св. 0,01 до 0,05 включ.	24	34	25
	Св. 0,05 до 5 включ.	17	25	18
Молибден	От 0,001 до 0,05 включ.	34	49	35
	Св. 0,05 до 20 включ.	18	28	20
Мышьяк	От 0,005 до 0,02 включ.	34	49	35
	Св. 0,02 до 5 включ.	18	28	20
Никель	От 0,005 до 0,02 включ.	28	42	30
	Св. 0,02 до 5 включ.	17	25	18
Олово	От 0,005 до 0,01 включ.	34	49	35
	Св. 0,01 до 10 включ.	24	34	25
Свинец	От 0,002 до 0,01 включ.	34	49	35
	Св. 0,01 до 5 включ.	18	28	20
Селен	От 0,002 до 0,005 включ.	28	42	30
	Св. 0,005 до 0,05 включ.	24	34	25
	Св. 0,05 до 5 включ.	17	25	18
Серебро	От 0,0005 до 0,02 включ.	34	49	35
	Св. 0,02 до 5 включ.	18	28	20
Сурьма	От 0,005 до 0,02 включ.	34	49	35
	Св. 0,02 до 10 включ.	18	28	20
Титан	От 0,1 до 0,5 включ.	24	34	25
	Св. 0,5 до 50 включ.	17	25	18
Хром	От 0,002 до 0,01 включ.	34	49	35
	Св. 0,01 до 0,1 включ.	24	34	25
	Св. 0,1 до 10 включ.	17	25	18
Цинк	От 0,001 до 0,25 включ.	34	49	35
	Св. 0,25 до 1,0 включ.	18	28	20
	Св. 1,0 до 50 включ.	13	19	14

* Установленные численные значения границ относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2.

12 Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6.

12.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости, проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подразделы 5.2, 5.3).

13 Оформление результатов измерений

13.1 Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

13.2 Результаты измерений массовой концентрации элемента в анализируемой пробе X, мг/дм^3(см. 10.4), представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)

$$X \pm \Delta, \text{ либо } X \pm U, \tag{4}$$

где X — результат измерений, полученный в соответствии с процедурой по 10.4, мг/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации элемента для доверительной вероятности $P = 0{,}95$, мг/дм^3, вычисляемая по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \tag{5}$$

где δ — границы относительной погрешности измерений массовой концентрации элемента для доверительной вероятности $P = 0{,}95$ по таблице 3, %;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$, мг/дм^3, рассчитываемая по формуле

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн} \cdot X, \tag{6}$$

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$ по таблице 3.

13.3 Число десятичных знаков при представлении результата измерений — по ГОСТ Р 8.736, приложение Е.

13.4 Если измеренное значение массовой концентрации элемента в пробе оказывается меньше, чем нижняя граница диапазона измерений, то результат измерений для такой пробы представляют как «меньше нижней границы диапазона измерений».

13.5 Информация о проведенных межлабораторных сравнительных испытаниях дана в приложении В.

Приложение А
(рекомендуемое)

Проверка значимости влияния матрицы пробы

А.1 Для проверки наличия мешающего влияния матрицы из подготовленной по 8.2 пробы отбирают аликвоту и разбавляют ее в 5—10 раз раствором азотной кислоты по 7.3.2. Исходную и разбавленную пробы измеряют по 9.2 и затем вычисляют значение массовой концентрации элемента в исходной ($C_{исх}$, мкг/дм^3) и разбавленной пробах ($C_р$, мкг/дм^3) по 10.1.

Мешающие влияния считают незначимыми, если выполняется условие

$$\left|f \cdot C_р - C_{исх}\right| \le \sqrt{(0{,}01 \cdot \delta_р \cdot f \cdot C_р)^2 + (0{,}01 \cdot \delta_{исх} \cdot C_{исх})^2}, \quad (А.1)$$

где f — коэффициент разбавления исходной пробы, вычисляемый аналогично 9.3 по формуле (2);
$C_р$ — массовая концентрация элемента в разбавленной пробе, мкг/дм^3;
$C_{исх}$ — массовая концентрация элемента в исходной пробе, мкг/дм^3;
$\delta_{исх}$ — границы допускаемой относительной погрешности (см. таблицу 3) для соответствующего значения $C_{исх}$, %;
$\delta_р$ — границы допускаемой относительной погрешности (см. таблицу 3) для соответствующего значения $C_р$, %.

Если значение массовой концентрации элемента в разбавленной пробе оказываются меньше, чем нижняя граница диапазона измерений, то применяют альтернативный способ.

А.2 В подготовленную по 8.2 пробу вносят добавку определяемого элемента, которая увеличивает интегральную абсорбцию от 1,5 до трех раз и находят массовую концентрацию элемента в подготовленной пробе с добавкой ($C_{и+д}$, мкг/дм^3). Объем вносимой добавки не должен превышать 2 % от объема подготовленной пробы, в который добавка вносится. Добавку $C_д$, мкг/дм^3 вычисляют по формуле

$$C_д = C_0 \cdot \frac{V_д}{V_{пр}}, \quad (А.2)$$

где C_0 — массовая концентрация элемента в растворе, использованном для внесения добавки;
$V_{пр}$ — объем подготовленной пробы, в который вносят добавку, см^3;
$V_д$ — объем внесенной добавки, см^3.

Мешающие влияния считают незначимыми, если выполняется условие

$$\left|C_{и+д} - C_{исх} - C_д\right| \le \sqrt{(0{,}01 \cdot \delta_{и+д} \cdot C_{и+д})^2 + (0{,}01 \cdot \delta_{исх} \cdot C_{исх})^2}, \quad (А.3)$$

где $C_{и+д}$ — массовая концентрация элемента в пробе с добавкой, мкг/дм^3;
$C_д$ — добавка элемента в разбавленной пробе, мкг/дм^3;
$C_{исх}$ — массовая концентрация элемента в исходной пробе, мкг/дм^3;
$\delta_{исх}$ — границы относительной погрешности (см. таблицу 3) для соответствующего значения $C_{исх}$, %;
$\delta_{и+д}$ — границы относительной погрешности (см. таблицу 3) для соответствующего значения $C_{и+д}$, %.

Приложение Б
(справочное)

Режимы проведения измерений

При выборе режимов проведения измерений рекомендуется в первую очередь руководствоваться рекомендациями изготовителя прибора, поскольку они могут существенно различаться для разных моделей и типов. Приведенные в таблице Б.1 режимы следует рассматривать исключительно в качестве примера.

Таблица Б.1 — Основные параметры режимов измерений

Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, нм[1)]	Температура пиролиза, °С		Температура атомизации, °С	
			Без модификатора	С модификатором[2)]	Без модификатора	С модификатором[2)]
Ag	328,1	0,7	650	1000/650	1600	2200/2200
Al	309,3	0,7	1400	1700/1700	2500	2350/2400
As	193,7	0,7	300	1400	1900	2200
Ba	553,6	—	1200	—	2500	—
Be	234,9	—	900	1600	2400	2600
Bi	223,1	—	—	1100	—	1800
Cd	228,8	0,7	300	900/900	1250	1100/1800
Co	240,7	0,2	1100	1400	2200	2400
Cr	357,9	0,7	1050	1650	2300	2600
Cu	324,7	0,7	1100	1100	2300	2600
Fe	248,3	0,2	1000	1400	1900	2400
Mn	279,5	0,2	1100	1400/1400	2100	2300/2200
Mo	313,3	0,7	1800	—	2700	—
Ni	232,0	0,2	1100	1400	2400	2400
Pb	283,3	0,7	600	1200/600	1500	2000/1900
Sn	286,3	—	—	1400	—	2300
Sb	217,6	0,7	900	1200/1100	1900	1900/2400
Se	196,0	2,0	200	1000	2100	2100
Ti	364,3	—	1400	—	2650	2100
V	318,4	0,7	1200	—	2500	—
Zn	213,9	0,7	600	1000/600	1300	2000/2000

[1)] Для приборов с изменяемой спектральной шириной щели.

[2)] В числителе приведены значения для первого модификатора, в знаменателе — для второго (см. таблицу 3). Для бериллия приведены данные для нитрата магния. Для висмута и олова — для смеси нитрата магния и нитрата палладия.

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний

При разработке международного стандарта ISO 15586:2003 в 2002 году были проведены межлабораторные сравнительные испытания на следующих пробах: синтетические образцы воды, природная вода, сточная вода. Пробы были разосланы в лаборатории, где были получены результаты двух параллельных определений*.

Железо и сурьма в сточной воде и были определены менее чем в трех лабораториях, в силу чего полная статистическая обработка была невозможна.

Показатели прецизионности метода, приведенные в разделе 12 международного стандарта, показаны в таблице В.1.

Таблица В.1 — Показатели прецизионности метода по результатам межлабораторных сличительных испытаний (март 2002 года)

Элемент	Проба	n	o	X_{true}	$\bar{X}$	η	CV_r, %	CV_R, %
Ag	SL	9	0	0,8	1,00	126	8,2	53,1
	SH	9	0	7,2	8,13	113	3,6	22,9
	FWL	5	1	—	0,774	—	8,2	56,9
	FWH	9	0	—	5,92	—	5,0	33,0
	WW	7	1	—	3,43	—	8,8	32,0
Al	SL	6	2	5	5,85	117	14,2	44,3
	SH	10	2	45	38,6	86	2,4	16,4
	FWL	11	0	—	170	—	6,6	46,2
	FWH	11	0	—	193	—	5,4	44,0
	WW	4	2	—	147	—	3,9	40,3
As	SL	17	2	9	9,00	100	2,8	14,1
	SH	19	2	81	77,5	96	2,7	10,5
	FWL	19	0	—	8,74	—	7,4	25,2
	FWH	21	0	—	68,6	—	3,6	17,8
	WW	14	1	—	11,6	—	4,0	35,9
Cd	SL	33	1	0,3	0,303	101	3,5	17,0
	SH	34	2	2,7	2,81	104	1,9	10,7
	FWL	31	2	—	0,572	—	2,9	14,9
	FWH	31	3	—	3,07	—	2,1	10,4
	WW	27	2	—	1,00	—	3,1	27,5
Co	SL	13	0	5,5	5,71	104	3,1	8,5
	SH	12	2	49,5	50,6	102	1,0	7,9
	FWL	13	0	—	4,23	—	9,0	14,8
	FWH	13	1	—	40,5	—	2,6	10,6
	WW	10	0	—	11,6	—	7,0	32,9

* В связи с тем, что таллий не входит в число элементов, определяемых в соответствии с настоящим стандартом, из таблицы В.1 исключены относящиеся к нему данные.

Продолжение таблицы В.1

Элемент	Проба	n	o	X_{true}	$\overline{X}$	η	CV_r, %	CV_R, %
Cr	SL	21	3	1,9	1,91	101	7,5	12,4
	SH	24	1	17,1	17,5	102	2,0	7,9
	FWL	23	1	—	1,95	—	7,7	24,7
	FWH	23	2	—	14,0	—	2,0	7,3
	WW	17	4	—	3,91	—	4,2	40,5
Cu	SL	18	1	2,5	2,60	104	8,1	13,2
	SH	19	1	22,5	23,0	102	3,8	5,6
	FWL	19	0	—	2,37	—	6,4	15,4
	FWH	20	1	—	29,8	—	2,3	7,2
	WW	11	1	—	5,08	—	10,0	30,3
Fe	SL	5	1	3	4,43	148	9,0	33,0
	SH	7	0	27	27,0	100	3,4	13,8
	FWL	7	0	—	98,3	—	2,4	9,9
	FWH	6	0	—	116	—	1,6	11,2
Mn	SL	8	0	1,5	1,71	114	4,4	30,0
	SH	10	0	13,5	14,5	108	2,0	15,3
	FWL	8	1	—	5,47	—	2,7	22,5
	FWH	10	0	—	17,7	—	3,2	14,6
	WW	5	0	—	100	—	4,3	13,8
Mo	SL	6	0	4,5	5,69	126	4,6	23,8
	SH	7	0	40,5	44,3	109	2,8	14,0
	FWL	4	0	—	5,76	—	11,5	13,7
	FWH	6	0	—	29,4	—	3,9	12,7
	WW	5	0	—	10,8	—	5,6	60,2
Ni	SL	20	0	6	5,92	99	3,5	15,0
	SH	20	0	54	53,6	99	2,0	8,8
	FWL	17	1	—	3,11	—	11,7	24,0
	FWH	19	0	—	33,2	—	2,5	9,1
	WW	15	1	—	11,4	—	4,1	27,5
Pb	SL	30	2	5	5,07	101	3,1	12,8
	SH	34	3	45	46,5	103	1,8	8,8
	FWL	32	0	—	7,76	—	8,5	17,2
	FWH	33	1	—	68,2	—	2,8	15,0
	WW	25	2	—	14,6	—	5,5	36,9

Окончание таблицы В.1

Элемент	Проба	n	o	X_{true}	$\overline{X}$	η	CV_r, %	CV_R, %
Sb	SL	5	0	8	7,39	92	3,3	17,9
	SH	7	0	72	66,9	93	3,4	13,8
	FWL	5	0	—	5,78	—	4,9	21,2
	FWH	7	0	—	52,7	—	3,1	6,6
Se	SL	10	0	12	11,9	99	5,7	23,0
	SH	11	0	108	109	101	3,7	21,9
	FWL	10	1	—	10,2	—	5,9	13,4
	FWH	11	0	—	85,2	—	2,9	20,8
	WW	8	0	—	16,0	—	9,8	25,6
V	SL	5	0	15	15,1	101	1,2	15,9
	SH	5	0	135	138	102	1,4	12,4
	FWL	3	0	—	12,3	—	8,4	11,1
	FWH	5	0	—	83,8	—	2,3	13,1
	WW	3	0	—	50,0	—	1,1	56,4
Zn	SL	5	1	0,5	0,579	116	10,8	47,6
	SH	5	1	4,5	3,71	82	2,1	35,9
	FWL	6	1	—	1,17	—	8,8	40,3
	FWH	7	0	—	5,99	—	6,5	30,4
	WW	4	0	—	120	—	2,0	7,0

Условные обозначения:
n — число индивидуальных аналитических результатов без учета выбросов;
o — число выбросов;
X_{true} — опорное значение, мкг/дм^3;
$\overline{X}$ — общее среднее значение, мкг/дм^3;
η — открываемость;
CV_r — относительное стандартное отклонение повторяемости;
CV_R — относительное стандартное отклонение воспроизводимости.

Шифры проб:
SL — синтетическая проба с низким содержанием элементов;
SH — синтетическая проба с высоким содержанием элементов;
FWL — природная вода с низким содержанием элементов;
FWH — природная вода с высоким содержанием элементов;
WW — сточная вода; минерализацию пробы проводил каждый участник.

УДК 543.62:544.55:006.354 ОКС 13.060.50 Н09 ОКП 01 3100
01 3300

Ключевые слова: вода, вода сточная, вода природная, вода поверхностная, вода подземная, атомно-абсорбционный метод, электротермическая атомизация, элемент, определение, массовая концентрация, испытание

Редактор *С.Н. Назина*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 21.10.2016. Подписано в печать 28.10.2016. Формат 60 ×84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,57. Тираж 38 экз. Зак. 2675.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru