РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

# Методика выполнения измерений массовой доли подвижных форм металлов (меди, свинца, цинка, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы атомно – абсорбционным анализом

РД 52.18.289 - 90

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ
Москва
1990

gost.e-ecolog.ru

У Д К 631.42.05:543.42.062:661.84/85Группа Т 58

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**Методика выполнения измерений массовой доли подвижных форм металлов (меди, свинца, цинка, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы атомно – абсорбционным анализом**

РД 52.18.289 – 90

ОКСТУ 0017

Дата введения 01.06.91

Настоящие методические указания устанавливают порядок выполнения измерений массовой доли подвижных форм металлов (меди, свинца, цинка, никеля, кадмия, кобальта, хрома, марганца) в пробах почвы и предназначены для использования в лабораториях Общегосударственной службы наблюдения и контроля загрязнения природной среды и научно–исследовательских учреждениях Государственного комитета СССР по гидрометеорологии.

Оптимальный диапазон определяемых атомно-абсорбционным анализом концентраций металлов в растворе при атомизации распылением в пламя:

| | |
|---|---|
| медь | - 0,2 - 5,0 мкг/мл; |
| свинец | - 1,0 - 20,0 мкг/мл; |
| цинк | - 0,05 - 1,00 мкг/мл; |
| никель | - 0,3 - 5,0 мкг/мл; |
| кадмий | - 0,05 - 2,00 мкг/мл; |

кобальт - 0,50 - 2,00 мкг/мл;

хром - 0,5 - 10,0 мкг/мл;

марганец - 0,1 - 3,0 мкг/мл;

Термины, использованные в настоящих методических указаниях и пояснения к ним, приведены в приложении.

## 1.СУЩНОСТЬ МЕТОДА АНАЛИЗА

1.1 Сущность метода анализа подвижных форм металлов заключается в обработке проб почв ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 и последующем определении металлов в полученном растворе атомно-абсорбционным анализом.

Метод атомно-абсорбционного анализа основан на свойстве атомов металлов поглощать в основном состоянии свет определенных длин волн, который они испускают в возбужденном состоянии. Необходимую для поглощения резонансную линию чаще всего получают от лампы с полым катодом, изготовленным из определяемого элемента.

В атомно-абсорбционной спектроскопии, так же как и в молекулярной, действует закон Ламберта-Бугера-Бера:

$$A = k \cdot C, \qquad (1)$$

где А - величина, характеризующая поглощение света (оптическая плотность или абсорбция), мБ или %;

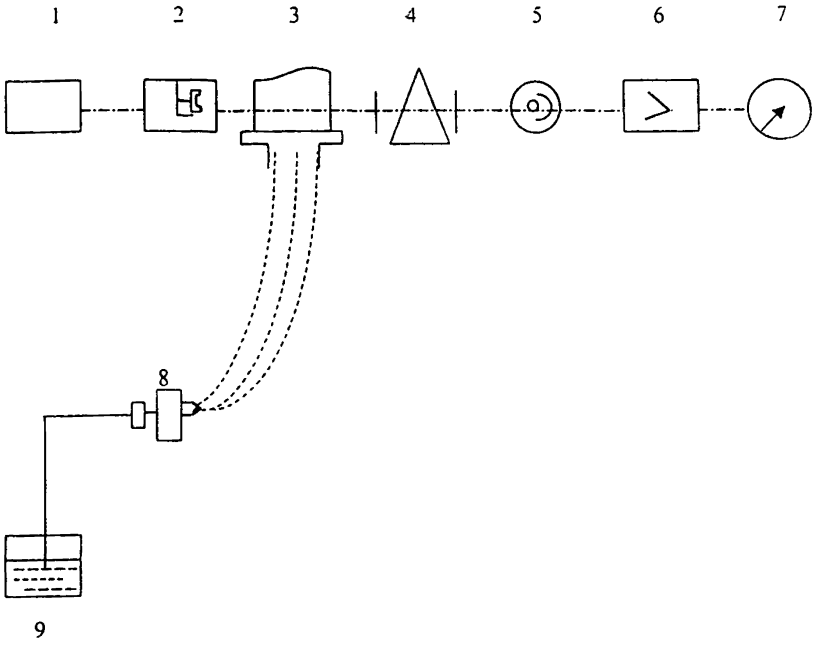
К - коэффициент поглощения;

С - концентрация определяемого элемента, мкг/мл.

Величина, характеризующая поглощение света, пропорциональна содержанию определяемых элементов, на чём и основано их количественное определение.

1.2 Блок-схема атомно-абсорбционного спектрофотометра с пламенной атомизацией исследуемого раствора приведена на черт.1.

Блок-схема атомно-абсорбционного спектрофотометра




1 – источник питания; 2- лампа с полым катодом; 3- пламя (зона атомизации); 4- монохроматор; 5 – фотоумножитель; 6 – усилитель; 7 – гальванометр; 8 – распылитель; 9 – анализируемый раствор

Черт. I

Анализируемый раствор 9 в виде аэрозоля из распылителя 8 вводится в пламя горелки 3 (пламя ацетилен-воздух, температура 2300 °С). В пламени происходит испарение растворителя, плавление и испарение пробы, термическая диссоциация молекул и образование свободных атомов, которые могут поглощать излучение внешнего источника света 2.

Световой поток от лампы проходит через пламя горелки 3 и монохроматор 4. Монохроматор выделяет узкую спектральную линию (обычно 0,2-2,0 нм), в которой находится измеряемая спектральная линия определяемого элемента. Атомы исследуемого элемента поглощают световой поток лампы. Выходящий световой поток с помощью фотоумножителя 5 превращается в электрический сигнал и после усилителя 6 регистрируется гальванометром 7.

**1.3 Оптимизация аппаратурных условий атомно-абсорбционного анализа**

1.3.1 Оптимизации подлежат:

ток лампы;

рабочая высота пламени;

соотношение горючего газа и окислителя;

ширина спектральной щели.

1.3.1.1 При увеличении тока лампы (но не более максимального) улучшается воспроизводимость, но уменьшается время жизни лампы, особенно для легколетучих элементов. Поэтому высокие токи лампы следует применять при очень низких концентрациях вблизи предела обнаружения, вызывающего абсорбцию, эквивалентную двойной флуктуации фона.

1.3.1.2 Оптимальная высота воздушно-ацетиленового пламени 5-13 мм.

1.3.1.3 Соотношение горючее/окислитель влияет на окислительно-восстановительные свойства пламени, на его собственное поглощение и

эмиссию. Легкоатомизирующиеся элементы (медь, свинец, цинк, никель, кадмий, кобальт, марганец) определяются в окислительном воздушно-ацетиленовом пламени, которое обычно более прозрачно, характеризуется меньшими шумами и более высокой температурой. Хром определяется в восстановительном воздушно-ацетиленовом пламени. Оптимальное давление и расход окислителя и восстановителя зависят от конструкции распылителя и обычно указаны фирмой-изготовителем прибора.

1.3.1.4 Спектральная ширина щели составляет 0,1-2,0 нм. Как правило, используют максимальную спектральную ширину щели, при которой меньше дрейф установленной длины волны и в спектральный интервал не попадают посторонние линии. При наличии в спектре источника линий, близких к резонансной, следует работать с малой спектральной шириной щели. Так, для меди рекомендуемая ширина спектральной щели - 0,7 нм, для цинка - 0,7-2,0 нм, для никеля - 0,1-0,2 нм.

**1.4 Методы устранения мешающих влияний при атомно-абсорбционном анализе**

1.4.1 Атомно-абсорбционный анализ позволяет с хорошей селективностью определять медь, свинец, цинк, никель, кадмий, кобальт, хром, марганец, однако мешающие влияния не исключены.

1.4.2 Во избежание различного светопоглощения, которое может исказить результаты определения металлов, рабочие и калибровочные растворы следует готовить на ацетатно-аммонийном буферном растворе pH 4,8.

1.4.3 Неспецифическое поглощение и рассеяние света могут вызвать растворенные соли при их большом содержании (свыше 5000 мкг/мл). Это явление обычно наблюдается при определении металлов, у которых длина аналитической резонансной линии менее 300 нм. Устранить его можно разбавлением раствора, если позволяет концентрация измеряемого элемен-

та или использованием, корректировки фона.

Если используемый спектрофотометр не позволяет осуществить корректировку фона, необходимо оптическую плотность (абсорбцию) уменьшить на величину фона, измеренного на близкой к аналитической не резонансной спектральной линии.

Аналитические длины волн при определении исследуемых элементов рекомендуется использовать в соответствии с табл.1.

Таблица I

| Металл | Аналитическая длина волны, нм |
|---|---|
| Кадмий | 228,3 |
| Кобальт | 240,7 |
| Медь | 324,7 |
| Марганец | 279,5 |
| Никель | 232,0 |
| Свинец | 283,3 |
| Хром | 359,9 |
| Цинк | 213,9 |

## НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика выполнения измерений обеспечивает выполнение измерений с погрешностью в соответствии с таблицей 1а

Таблица 1а

| Наименование определяемого вещества | ПДК, млн$^{-1}$ | Диапазон концентраций, млн$^{-1}$ | Значение составляющей погрешности, % | | | Погрешность методики (показатель точности) P=0,95, $\Delta_M$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Случайная | | Не исключенная систематическая (показатель правильности) $\Delta_C$ | |
| | | | Показатель сходимости, $\sigma_{сх}(\dot{\Delta})$ | Показатель воспроизводимости, $\sigma(\dot{\Delta})$ | | |
| Медь | 3,0 | Нижн. предел Cd составляет 1,0; других металлов 20,0; верхний предел не огранич. | 4,0 | 5,0 | 12,0 | 16,0 |
| Свинец | Не уст. | | 6,0 | 6,0 | 11,0 | 24,0 |
| Цинк | 23,0 | | 3,0 | 7,0 | 32,0 | 36,0 |
| Никель | 4,0 | | 5,0 | 6,0 | 20,0 | 23,0 |
| Кадмий | Не уст. | | 4,0 | 5,0 | 32,0 | 34,0 |
| Кобальт | 5,0 | | 4,0 | 9,0 | 8,0 | 18,0 |
| Хром | 6,0 | | 6,0 | 8,0 | 20,0 | 25,0 |
| Марганец | Не уст. | | 5,0 | 7,0 | 12,0 | 18,0 |

## 2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

### 2.1 Средства измерений

2.1.1. Весы аналитические типа ВЛР-200 - по ГОСТ 24104.

2.1.2 Атомно-абсорбционный спектрофотометр в пламенном варианте типа С115-1М (производство СССР), ААС-1 или ААС -3 (производство ГДР), Хитачи-308 (производство Япония) или другие.

2.1.3 Иономер универсальный типа ЭВ-74 – по ГОСТ 22261;

2.1.4 Колбы мерные вместимостью 1000 мл - по ГОСТ 1770 – 2 шт.

2.1.5 Колбы мерные вместимостью 100 мл – по ГОСТ 1770 – 50 шт.;

2.1.6 Колбы мерные вместимостью 50 мл – по ГОСТ 1770 – 50 шт.;

2.1.7 Пипетки калиброванные – по ГОСТ 20292

вместимостью 1мл- 20 шт.;

вместимостью 2 мл- 20 шт.;

вместимостью 5 мл - 20 шт.;

вместимостью 10 мл- 10 шт.;

2.1.8 Цилиндр мерный вместимостью 1000 мл – по ГОСТ 1770 –2 шт.;

2.1.9 Цилиндр мерный вместимостью 1000 мл – по ГОСТ 1770 – 2 шт.;

2.1.10 Пробирки вместимостью 20 мл – по ГОСТ 1770 – 5 шт.;

**2.2 Оборудование, материалы**

2.2.1 Шкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ-2,5·2,5·2,5/2М-М01 - по ТУ 16-531-099 - I шт.

2.2.2 Аквадистиллятор типа ДЭ-4-2 д.АО.000.736ПС по ТУ 61-1-721 – 1шт.;

2.2.3 Аппарат для бидистилляции воды типа БД-2 по ТУ 25-11-1102 - I шт.

2.2.4 Ступки с пестиком – по ГОСТ 9147 – 3 шт.;

2.2.5 Флакон полиэтиленовый вместимостью 100 мл по ТУ 6-19-110 - 50 шт.;

2.2.6 Фильтры обеззоленные с «белой лентой» – по ТУ 6-09-1678 – 1000 шт.;

2.2.7 Стеклянные воронки диаметром 60-80 мм – по ГОСТ 23932 – 50 шт.;

2.2.8 Стаканчики для взвешивания (бюксы)- по ГОСТ 25336 – 20 шт.

2.2.9 Эксикатор – по ГОСТ 23932 – 2 шт.;

2.2.10 Сита капроновые (хозяйственные) с диаметром отверстий 1мм – 2 шт.;

2.3 Средства измерений, используемые при выполнении работ долж-

ны быть поверены в соответствии с ГОСТ 8.513. Нестандартизованные средства измерений должны быть метрологически аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.326.

**2.4 Реактивы**

2.4.1 Аммиак водный, 25%-ный, ч.д.а – по ГОСТ 3760.

2.4.2 Кислота уксусная ледяная, ч.д.а – по ГОСТ 61.

2.4.3 Магний хлорнокислый (ангидрон) – по ТУ 6-09-3880.

2.4.4 Государственные стандартные образцы состава растворов солей металлов (ГСОРМ), используемые в анализе, в соответствии с табл.2

Таблица 2

| ГСОРМ * | Номер госреестра мер и измерительных приборов СССР | Набор металлов в составе солей ГСОРМ | Концентрация металлов в составе солей ГСОРМ, мг/мл |
|---|---|---|---|
| 16 | 3399-86 | Кадмий, барий, бериллий, германий, вольфрам, цирконий | 0,1 |
| 17 | 3400-86 | Свинец, никель, медь, марганец, кобальт, литий, стронций | 0,5 |
| 18 | 3401 - 86 | Хром, мышьяк, бор, ванадий | 0,5 |
| 19 | 3402 – 86 | Цинк, магний | 2,5 |
| | | Алюминий, кальций, железо | 5,0 |

* Растворы ГСОРМ находятся в запаянных ампулах вместимостью 6 мл (ГСОРМ-16, ГСОРМ-17, ГСОРМ-18) и 12 мл (ГСОРМ-19). Можно использовать другие ГСОРМы с необходимым набором солей металлов.

2.4.5 Вода дистиллированная - по ГОСТ 6709.

2.4.6 Вода бидистиллированная.

2.4.7 Ацетилен - по ГОСТ 5457.

2.4.8 Воздух сжатый – по ГОСТ 17433.

2.4.9 Стандарт – титры для приготовления буферных растворов для pH – метрии – по ГОСТ 8.135.

3. ОТБОР ПРОБ

3.1 Метод отбора проб почвы зависит от целей исследования.

3.2 В целях контроля загрязнения почв металлами отбор проб почв следует производить в соответствии с:

ГОСТ 17.4.3.01;

"Методическими рекомендациями по проведению полевых и лабораторных исследований почв и растений при контроле загрязнения окружающей среды металлами" - М.: Гидрометеоиздат, 1981. - С.9-33;

"Временными методическими рекомендациями по контролю загрязнения почв" - М.: Гидрометеоиздат, 1983. - С.82-84.

3.3 При отборе проб почв должна быть определена протяженность и топография зон загрязнения, которая зависит от розы ветров по сезонам года, скорости и продолжительности ветров, периода выпадения осадков.

3.4 Участки для отбора проб почвы должны хорошо отражать структуру района исследования: почвенного покрова, материнской породы, рельефа, геологии и гидрологии.

3.5 Объединенные пробы почвы, отобранные с участков должны быть представительными. Площадки для отбора проб почвы должны быть размером 100х100 м или 100х200 м, и объединенные пробы почвы должны составляться из единичных проб почвы, отобранных по методу конверта (четыре точки в углах площадки и одна в центре). Вокруг каждой из пяти точек делается еще по четыре прикопки.

3.6 Пробы почвы на целине необходимо отбирать на глубину 0-5 см, на пашне - 0-20 см (или на глубину пахотного горизонта).

3.7 Необходимым условием при отборе проб почвы является предохранение их от вторичных загрязнений на всех этапах подготовки.

3.8 Инструменты для отбора проб почвы должны быть из прочной пластмассы.

Можно применять инвентарь из любой стали, предварительно тщательно очистив его от ржавчины. Слой почвы, который соприкасается с металлами, следует удалить острым ножом из пластмассы.

3.9 При отборе проб почвы не следует использовать оцинкованные ведра, медные изделия, эмалированные тазы, окрашенные инструменты.

3.10 Отобранные пробы почвы необходимо зарегистрировать в журнале и пронумеровать, заполнив сопроводительный талон по ГОСТ 17.4.4.02, приложение 3.

3.11 В качестве упаковочного материала для транспортировки и хранения отобранных проб почвы можно применять мешочки из плотной хлопчатобумажной ткани. На мешочке должны быть шнуры для завязки и пришитая полоска ткани, на которой пишут те сведения, что и на сопроводительном талоне.

3.12 При дальнейшей обработке, транспортировке и хранении пробы почвы не должны подвергаться воздействию атмосферных осадков и других источников вторичного загрязнения.

## 4 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

### 4.1 Подготовка проб почвы к анализу

4.1.1 Из воздушно-сухой объединенной пробы почвы, поступившей в лабораторию, тщательно удалить корни, другие инородные частицы и взять методом квартования пробу почвы массой 0,2 кг.

4.1.2 Отобранную пробу почвы следует перетереть в большой фарфоровой ступке и просеять через капроновое сито с диаметром отверстий 1 мм. Непросеянные комочки почвы растереть и снова просеять. Из полученной пробы почвы следует взять навески на анализ.

### 4.2 Приготовление растворов, используемых в анализе

4.2.1 Приготовление растворов необходимо проводить в вытяжном

шкафу.

4.2.2 Приготовление ацетатно-аммонийного буферного раствора с pH 4,8.

В мерную колбу вместимостью 1000 мл следует отобрать 108 мл ледяной уксусной кислоты и цилиндром вместимостью 1000 мл добавить 800 мл бидистиллированной воды и тщательно перемешать. В полученный раствор следует добавить 75 мл 25%-ного водного аммиака цилиндром вместимостью 100 мл. Полученный раствор перемешать, охладить до комнатной температуры и измерить pH на иономере. Если pH полученного раствора будет > 4,8 или < 4,8, добавлением в первом случае уксусной кислоты, а во втором случае – аммиака, довести pH раствора до значения 4.8. После чего объем раствора следует дополнить до 1000 мл бидистиллированной водой.

4.2.3 Требования к используемой в анализе посуде.

4.2.3.1 Для проведения анализа следует применять исключительно стеклянную и пластмассовую (полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую) посуду.

4.2.3.2 Посуду, используемую для анализов и хранения растворов необходимо промыть моющим веществом (сода, стиральный порошок), промыть водопроводной водой, вымочить в течение 24 часов в разбавленной азотной кислоте (кислота : вода =1 : 5), тщательно промыть водопроводной водой и ополоснуть дистиллированной водой.

**4.3 Определение гигроскопической воды в пробах почвы**

4.3.1 С целью пересчета воздушно-сухой пробы почвы на абсолютно-сухую следует провести определение гигроскопической воды в пробах почвы.

4.3.2 Массу абсолютно-сухой пробы почвы следует рассчитывать по формуле

$$\Delta P_{сух.} = \Delta P_{возд.-сух.} \cdot K, \quad (2)$$

где $\Delta P_{сух.}$ – масса абсолютно-сухой пробы почвы, г;

$\Delta P_{возд.-сух.}$ - масса воздушно-сухой пробы почвы, г;

K - коэффициент пересчета.

4.3.3 Для определения массы воздушно-сухой пробы почвы в сухие стаканчики (бюксы) с притертыми крышками следует взять не менее трех навесок воздушно-сухой пробы почвы на аналитических весах (около 1,00 г с точностью 0,01 г). Сначала необходимо взвесить пустую бюксу и записать ее массу ($P_0$), затем взвесить эту же бюксу с навеской пробы почвы и записать ее массу ($P_{возд. - сух.}$). Массу воздушно-сухой пробы почвы ($\Delta P_{возд. - сух.}$) рассчитать по формуле

$$\Delta P_{возд. - сух.} = P_{возд. - сух.} - P_0, \quad (3)$$

4.3.4. Коэффициент (К) необходимо рассчитать по формуле

$$K = \frac{100}{100 + q}, \quad (4)$$

где q – содержание гигроскопической воды в пробах почвы, %.

4.3.5 Для определения содержания гигроскопической воды в пробах почвы, бюксы с воздушно-сухими пробами почвы необходимо поставить открытыми в сушильный шкаф с температурой от 105 до 115 °С. После трехчасового нагревания бюксы закрыть крышками и перенести в эксикатор, наполненный ангидроном или безводным хлористым кальцием и после остывания (через 20 мин) взвесить на аналитических весах. После взвешивания пробы почвы следует снова нагреть в течение 2 часов, затем охладить в эксикаторе и снова взвесить. После первой и второй сушки допустимое расхождение в массе не должно превышать 0,003-0,005 г. В противном случае высушивание следует снова повторить.

Содержание гигроскопической воды (q) в пробе почвы следует рас-

считать по формуле

$$q = \frac{\Delta P_{\text{возд.-сух.}} - \Delta P_{\text{сух.}}}{\Delta P_{\text{сух.}}} \cdot 100, \qquad (5)$$

где $\Delta P_{\text{сух.}}$ – масса абсолютно-сухой пробы почвы, г;

$\Delta P_{\text{сух.}}$ следует рассчитать по формуле

$$\Delta P_{\text{сух.}} = P_{\text{сух.}} - P_0, \qquad (6)$$

где $P_{\text{сух.}}$ - масса бюксы с абсолютно-сухой пробой почвы, г;

$P_0$ - масса пустой бюксы, г.

4.3.6 Результаты измерений при определении гигроскопической воды в пробах почвы представлять по форме в соответствии с табл. 3

Таблица 3

| Дата | Номер | | $P_0$, г | $P_{\text{возд.-сух.}}$, г | $P_{\text{сух.}}$, г | $P_{\text{сух.}}$, г | q, % | K |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | пробы почвы | опыта | | | | | | |
| | | | | | | | | |

## 5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

**5.1 Извлечение подвижных форм соединений металлов из проб почв**

5.1.1 В полиэтиленовый флакон вместимостью 100 мл на аналитических весах необходимо отобрать навеску воздушно-сухой пробы почвы (массой около 5,00 г с точностью до 0,01 г), одновременно определив содержание гигроскопической воды (q) для пересчета навески на абсолютно-сухую пробу почвы по п. 4.3.

5.1.2 Цилиндром вместимостью 50 мл следует прилить к навеске пробы почвы 50 мл ацетатно-аммонийного буферного раствора с pH 4,8 (соотношение почва : раствор = 1 : 10). Вращательными движениями фла-

кона осторожно смочить и перемешать пробу почвы. Флакон следует закрыть крышкой.

5.1.3 Пробу почвы в ацетатно-аммонийном буферном растворе следует выдержать в течение 24 ч при комнатной температуре.

5.1.4 За время контакта пробы почвы с ацетатно-аммонийным буферным раствором следует производить кратковременное перемешивание пробы почвы (5-7 раз) круговыми движениями полиэтиленового флакона.

5.1.5 Через 24 ч пробу почвы с раствором перемешать вращательными движениями флакона и перенести для фильтрования на воронку с бумажным складчатым фильтром «белая лента». Фильтрат собрать в чистой мерной колбе.

5.1.6 Ополаскивая полиэтиленовый флакон буферным раствором, перевести остатки почвы на фильтр и промыть почву на фильтре буферным раствором (объемом около 50 мл). Объем фильтрата в мерной колбе дополнить буферным раствором до 100 мл.

5.1.7 В полученном растворе необходимо определить подвижные формы соединений металлов атомно-абсорбционным анализом.

## 6 ПОДГОТОВКА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ К РАБОТЕ

**6.1 Приготовление буферных растворов для калибровки пономера**

6.1.1 Для приготовления буферного раствора с pH 1.68 следует использовать фиксанал калия тетраоксалата ($KHC_2O_4H_2C_2H_4 \cdot 2H_2O$). Содержимое запаянной пробирки с навеской калия тетраоксалата с помощью воронки и промывалки с бидистиллированной водой, необходимо перевести в мерную колбу вместимостью 1000 мл и дополнить объем раствора бидистиллированной водой до 1000 мл.

6.1.2 Для приготовления буферного раствора с pH 4,01 следует ис-

пользовать фиксанал калия фталевокислого ($C_8H_5O_4K$). После вскрытия содержимое запаянной пробирки с помощью воронки и промывалки с бидистиллированной водой необходимо перевести в мерную колбу вместимостью 1000 мл и дополнить объем раствора бидистиллированной водой до 1000 мл.

6.1.3 Для приготовления буферного раствора с pH 9,18 следует использовать фиксанал натрия тетраборнокислого ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$). После вскрытия содержимое запаянной пробирки с помощью воронки и промывалки с бидистиллированной водой перевести в мерную колбу вместимостью 1000 мл и дополнить объем раствора бидистиллированной водой до 1000 мл.

**6.2 Приготовление рабочих стандартных растворов солей металлов**

6.2.1 Для приготовлений рабочего стандартного раствора солей кадмия две ампулы основного раствора ГСОРМ-16 следует вскрыть и вылить в сухую пробирку вместимостью 10 мл.

В мерную колбу вместимостью 100 мл отобрать 10 мл основного раствора пипеткой вместимостью 10 мл. Добавить ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем раствора до 100 мл. Полученный раствор с концентрацией кадмия 10 мкг/мл использовать для приготовления калибровочных растворов. Хранить раствор в закрытом полиэтиленовом флаконе.

6.2.2 Для приготовления рабочего стандартного раствора солей металлов свинца, никеля, меди, марганца, кобальта две ампулы основного раствора ГСОРМ-17 вскрыть и вылить в сухую пробирку вместимостью 20 мл.

В мерную колбу вместимостью 50 мл необходимо отобрать 10 мл основного стандартного раствора пипеткой вместимостью 10 мл. Добавить

аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем раствора до 50 мл. Полученный раствор с концентрацией свинца, никеля, меди, марганца, кобальта 100 мкг/мл использовать для приготовления калибровочных растворов. Хранить раствор в закрытом полиэтиленовом флаконе.

6.2.3 Для приготовления рабочего раствора солей цинка одну ампулу основного стандартного раствора ГСОРМ-19 следует вскрыть и вылить в сухую пробирку вместимостью 10 мл.

В мерную колбу вместимостью 50 мл необходимо отобрать 2 мл основного стандартного раствора ГСОРМ-19 пипеткой вместимостью 2 мл. Добавить ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем раствора до 50 мл. Полученный раствор с концентрацией цинка 100 мкг/мл использовать для приготовления калибровочных растворов. Хранить раствор в закрытом полиэтиленовом флаконе.

6.2.4 Для приготовления рабочего раствора солей хрома две ампулы основного стандартного раствора ГСОРМ-18 следует вскрыть и вылить в сухую пробирку вместимостью 20 мл.

В мерную колбу вместимостью 50 мл необходимо отобрать 100 мл основного стандартного раствора пипеткой вместимостью 11 мл. Добавить ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем раствора до 50 мл. Полученный раствор с концентрацией хрома 100 мкг/мл следует использовать для приготовления калибровочных растворов. Хранить раствор в закрытом полиэтиленовом флаконе.

**6.3 Приготовление калибровочных растворов солей металлов**

6.3.1 Для приготовления калибровочных растворов солей кадмия следует добавить к указанным в табл.4 количествам рабочего стандартного раствора ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем растворов до 100 мл.

Таблица 4

| Количество рабочего раствора, мл | 0,0 | 0,50 | 1,0 | 2,0 | 5,0 | 10,0 | 20,0 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Концентрация каждого металла (кадмия, бария, бериллия, германия, вольфрама, циркония) в калибровочном растворе, мкг/мл | 0,00 | 0,05 | 0,10 | 0,20 | 0,50 | 1,0 | 2,00 |

6.3.2 Для приготовления калибровочных растворов солей металлов свинца, никеля, меди, марганца, кобальта следует добавить к указанным в табл.5 количествам рабочего стандартного раствора ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем растворов до 100 мл.

Таблица 5

| Количество рабочего раствора, мл | 0,0 | 0,1 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 5,0 | 10,0 | 20,0 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Концентрация каждого металла (меди, свинца, марганца, никеля, кобальта, лития,стронция) в калибровочном растворе, мкг/мл | 0,0 | 0,1 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 5,0 | 10,0 | 20,0 |

6.3.3. Для приготовления калибровочных растворов солей цинка следует добавить к указанным в табл.6 количествам рабочего стандартного раствора ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем растворов до 100 мл.

Таблица 6

| Количество рабочего раствора, мл | 0,00 | 0,05 | 0,10 | 0,20 | 0,10 | 1,00 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Концентрация каждого металла в калибровочном растворе: | | | | | | |
| I. Цинк, магний, мкг/мл | 0,00 | 0,05 | 0,10 | 0,20 | 0,10 | 1.00 |
| 2. Алюминий, кальций, железо, мкг/мл | 0,00 | 0,10 | 0,20 | 0,40 | 1,10 | 2,00 |

6.3.4. Для приготовления калибровочных растворов солей хрома следует добавить к указанным в табл.7 количествам рабочего стандартного раствора ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8 и дополнить им объем растворов до 100 мл.

Таблица 7

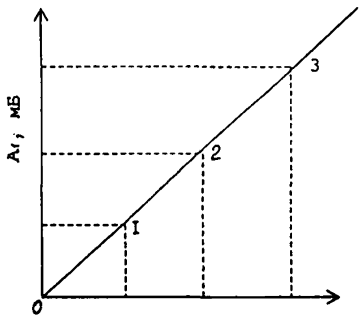
| Количество рабочего раствора, мл | 0,0 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 5,0 | 10.0 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Концентрация каждого металла (хрома, мышьяка, бора, ванадия) в калибровочном растворе, мкг/мл | 0,0 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 5,0 | 10,0 |

6.3.5 Растворы солей металлов с концентрацией металлов менее 50 мкг/мл следует готовить в день проведения анализа.

6.4 Способ построения калибровочных графиков

6.4.1 Калибровочные графики необходимо строить в координатах зависимости оптической плотности (абсорбции) (А) от концентрации калибровочного раствора (С), в соответствии с черт.2.

Пример построения калибровочного графика




1, 2, 3 - точки для построения калибровочной прямой

Черт. 2.

6.4.2 По закону Ламберта-Бугера - Бера допускается работа только в линейном диапазоне графика.

6.4.3 Результаты измерений для построения калибровочного графика представлять по форме в соответствии с табл.8.

Таблица 8

| Дата | Концентрация калибровочного раствора, С, мкг/мл | | | | | | | | Оптическая плотность (абсорбция) при измерении калибровочного раствора, $A_i$, мБ, (%) | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Cu | Pb | Zn | Ni | Cd | Co | Cr | Mn | Cu | Pb | Zn | Ni | Cd | Co | Cr | Mn |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |

6.4.4 Калибровочный график необходимо проверять перед проведением анализов исследуемых растворов.

## 7 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

**7.1 Программа работ на атомно-абсорбционном спектрофотометре**

7.1.1 В связи с различиями в конструкциях приборов разных фирм, установку, включение и работу на атомно-абсорбционном спектрофотометре следует осуществлять в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Работу обычно ведут по следующей программе.

7.1.2 Соответствующую определяемому металлу лампу необходимо поставить на прогревание. Время прогрева ламп для однолучевых приборов 15-20 мин, для двухлучевых приборов прогрев ламп необязателен.

7.1.3 Установить монохроматор на соответствующую анализируемому элементу длину волны.

7.1.4 Выбрать целесообразную ширину спектральной щели.

7.1.5 Проверить силу тока, подаваемого на лампу.

7.1.6 Провести юстировку лампы.

7.1.7 Установить, согласно инструкции к прибору, соотношение горючего и поддерживающего горение газа и поджечь пламя.

7.1.8 Поставить на распыление бидистиллированную воду.

7.1.9 Установить нулевую линию прибора по бидистиллированной воде.

7.1.10 Ввести в пламя калибровочный раствор с максимальной концентрацией изучаемого элемента и установить необходимый размах шкалы.

7.1.11 Снова проверить нулевую линию прибора и, если надо, провести корректировку начала отсчета. Повторением и постепенным уточнением приведенных операций достигается выявление оптимальной установки всех параметров.

7.1.12 Ввести в пламя остальные калибровочные растворы в порядке

возрастания в них концентрации элементов и регистрировать соответствующие им показания прибора. Регистрация результатов измерений для построения калибровочного графика в соответствии с табл.7. Калибровочный график необходимо строить по п.6.4.1.

7.1.13 После построения калибровочного графика, следует измерить оптическую плотность ($A_1$) калибровочного раствора с максимальной концентрацией ($C_1$) в пределах избранного интервала линейной зависимости (A) от (C).

7.1.14 Затем необходимо ввести в пламя горелки исследуемый раствор, полученный при обработке пробы почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 в соответствии с подразделом 5.1 и измерить оптическую плотность раствора ($A_2$).

7.1.15 Для учета неселективного поглощения (если спектрофотометр не снабжен корректором фона) необходимо измерить оптическую плотность ($A_3$) исследуемого раствора на близкой к оптической не резонансной линии и вычесть ее из ($A_2$).

7.1.16 При применении реактивов квалификации ниже особой чистоты следует провести холостой опыт, т.е. повторить все химические процедуры по пунктам 5.1.1-5.1.6 только без пробы почвы, определить оптическую плотность полученного раствора ($A_р$) и вычесть ее из ($A_2$).

7.1.17 Результаты измерений массовой доли металлов в пробах почвы следует представлять в соответствии с табл.9.

Таблица 9

| Дата | Номер | | Масса навески абсолютно-сухой пробы почвы, г | Объем исследуемого раствора, мл | Металл | Оптическая плотность, мБ | | | | Массовая доля металла в пробе почвы, С, млн$^{-1}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | пробы почвы | опыта | | | | калибровочного раствора, $A_1$ | исследуемого раствора, $A_2$ | неселективного поглощения, $A_3$ | раствора холостого опыта, $A_0$ | |
| | | | | | | | | | | |

**7.2 Программа работ на иономере**

7.2.1 Для измерения pH необходимо выбрать измерительный и вспомогательный электроды и подготовить к работе в соответствии с указаниями, изложенными в паспортах на электроды. В качестве измерительного может служить стеклянный электрод, в качестве вспомогательного - электрод ЭВЛ – 1М3.

7.2.2 Перед началом работы прибор и магнитную мешалку следует обязательно заземлить.

7.2.3 Установить механический нуль показывающего прибора.

7.2.4 Переключатели прибора установить в положение « t° » и «1-19», после чего прибор следует включить в сеть и прогреть в течение 30 мин.

7.2.5 Электроды следует погрузить в дистиллированную воду.

7.2.6 Перед погружением в раствор остатки воды с электродов следует удалить фильтровальной бумагой.

7.2.7 При изменяющейся температуре исследуемого раствора необходимо использовать автоматическую термокомпенсацию. При этом пере-

ключатель "Термокомпенсатор" должен находиться в положении "Авт.".

7.2.8 При постоянной температуре исследуемого раствора необходимо использовать ручную термокомпенсацию:

переключатель "Термокомпенсатор" следует перевести в положение "Ручн.";

нажать кнопку необходимого диапазона измерения, кроме «1-19»;

нажать кнопку « t° » и ручкой "Температура раствора" установить стрелку прибора на значение по шкале 0-100 в соответствии с измененной температурой раствора.

7.2.9 При использовании автоматического термокомпенсатора отсчет показаний следует производить через 3 мин. При ручной термокомпенсации в зависимости от буферной емкости раствора, отсчет показаний следует производить через 10 мин.

7.2.10 Необходимым условием является использование одного и того же вида термокомпенсации при настройке прибора в процессе измерения.

## 8 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Результат измерений массовой доли подвижных форм металлов следует рассчитывать по формуле

$$C = \frac{(A_2 - A_3 - A_p) \cdot C_1 \cdot V \cdot (100 + q)}{A_1 \cdot \Delta P_{возд.-сух.} \cdot 100}; \qquad (7)$$

где C - массовая доля определяемого металла в пробе почвы, млн $^{-1}$;

$A_2$ - оптическая плотность исследуемого раствора, мБ;

$A_3$ - оптическая плотность неселективного поглощения, мБ;

$A_p$ - оптическая плотность раствора холостого опыта, мБ;

$C_1$ - концентрация калибровочного раствора, мкг/мл;

V - объем исследуемого раствора, мл;

$A_1$- оптическая плотность калибровочного раствора, мБ;

$\Delta P_{возд.-сух.}$ - масса воздушно-сухой пробы почвы, г;

q - содержание гигроскопической воды в пробах почвы, %.

8.2 Результат измерений представляют по форме в соответствии с МИ 1317 по формуле:

$$A \pm \Delta, P \qquad (8)$$

где A - результаты измерений рабочих проб;

$\Delta$ - погрешность измерений по методике;

P - доверительная вероятность, P=0,95.

## 9 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ АНАЛИТИКА

Работы по настройке и обслуживанию спектрофотометра, а так же приготовление эталонов и обработку результатов анализа необходимо производить инженеру. Однако при рациональной организации труда сотрудников, возможна их частичная специализация и частичная и взаимозаменяемость, при этом отдельные виды работ могут выполнять как инженеры, так и техники.

## 10 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

10.1 Безопасность труда при проведении работ по определению подвижных форм металлов в пробах почвы должна быть в соответствии с "Правилами по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", - Л.: Гидрометеоиздат, 1983.- с.161-169.

10.2 Помещение, в котором проводятся анализы, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

10.3 Работа с уксусной кислотой должна проводиться в резиновых перчатках, защитных очках и полиэтиленовом или резиновом фартуке.

10.4 Необходимо соблюдать осторожность при работе с водным аммиаком. Попадание водного 25 %-ого аммиака в глаза очень опасно, поэтому работа должна проводиться в защитных очках.

10.5 Концентрированную уксусную кислоту необходимо хранить вдали от открытого огня в закрытом металлическом ящике.

10.6 Аммиак водный необходимо хранить в вытяжном шкафу.

10.7 При использовании растворов ГСОРМ следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

10.8 К выполнению работ на спектрофотометре могут быть допущены лица не моложе 18 лет, прошедшие специальный практикум по выполняемым работам и инструктаж по технике безопасности выполнения этих работ.

10.9 Камера сжигания атомно-абсорбционного спектрофотометра должна быть обеспечена достаточной и надежно работающей вентиляцией.

10.10 При пользовании баллонами с газами, находящимися под давлением, следует строго выполнять требования инструкций по безопасному их обслуживанию. Исправность действия арматуры, контрольно-измерительных приборов и предохранительных устройств должна систематически проверяться.

10.11 К работе на пламенном спектрофотометре допускаются сотрудники, ознакомленные с устройством и эксплуатацией баллонов с ацетиленом.

## 11 НОРМЫ ЗАТРАТ РАБОЧЕГО ВРЕМЕНИ НА АНАЛИЗ

11.1. Нормы затрат рабочего времени, необходимые на отбор и первичную обработку проб почв по РД 52.18.70 «Единые отраслевые нормы времени на работы по отбору проб почвы, их анализу и обработке материалов наблюдений», использовать в соответствии с табл. 10.

Таблица 10

| | Тип почвы | Исполнитель | Нормы времени, чел. - ч | | Примечание |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | Отбор и первичная обработка | | |
| | | | целина | пашня | |
| 1. | Песчаные, супесчаные, легкие суглинки | Техник | 0,67 | 0,62 | Объединенная проба почвы состоит из 5 проб, взятых по методу конверта; почва отбирается методом неоднократного квартования |
| 2. | Суглинистые, глинистые | Техник | 1,05 | 0,99 | |

11.2 Ориентировочные нормы времени на выполнение измерений массовой доли подвижных форм металлов атомно-абсорбционным анализом следует использовать в соответствии с табл.11.

Таблица 11

| Наименование этапа работы | Количество определений (проб) | Исполнитель | Норма времени, чел. - ч | Примечание |
|---|---|---|---|---|
| 1. Подготовка посуды | - | Техник | 1,50 | - |
| 2. Отбор навесок | 16 | Техник | 0,48 | РД 52.18.70 |
| 3. Приготовление ацетатно-аммонийного буферного раствора с pH 4,8 | - | Техник | 0,50 | - |
| 4. Измерение pH приготовленного буферного раствора | - | Техник | 0,50 | - |

Продолжение табл.11

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 5. Извлечение подвижных форм металлов из проб почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 | 16 | Техник | 28,00 | - |
| 6. Фильтрование растворов после обработки проб почвы ацетатно-аммонийным буферным раствором | - | Техник | 2,00 | - |
| 7. Чистка горелки спектрофотометра, установка и прогрев лампы (на определение 1 элемента) | - | Инженер | 1,00 | - |
| 8. Настройка прибора на определение одного элемента | - | Инженер | 0,25 | - |
| 9. Получение данных для построения калибровочного графика | - | Техник | 0,50 | - |
| 10. Определение одного элемента в 16 растворах | - | Техник | 0,50 | - |
| 11. Обработка результатов анализа металлов | 16 определение одного элемента | Техник | 1,00 | - |
| 12. Приготовление эталонов | - | Инженер | 40,0 (в течение года) | РД 52.18.70 |

## 12 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МВИ

12.1 Контроль погрешности МВИ проводят по установленным нормативам оперативного контроля, рассчитанным на основе характеристики погрешности и ее составляющих для диапазона действия методики в соответствии с таблицей 1а.

12.2 Контроль сходимости методики проводят по размаху результатов параллельных определений содержания компонента в рабочих пробах.

Решение об удовлетворительной сходимости принимают при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \leq d, \qquad (9)$$

где $X_1$, $X_2$- максимальное и минимальное значение результатов параллельных определений;

d - норматив оперативного контроля сходимости.

12.3 Контроль воспроизводимости методики проводят по размаху двух результатов измерения содержания компонента в рабочей пробе, полученных в условиях воспроизводимости *).

Решение об удовлетворительной воспроизводимости принимают при выполнении условия:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \leq D, \qquad (10)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ - результаты анализа пробы;

D - норматив оперативного контроля воспроизводимости.

---

*) (результаты измерений, полученные в разное время разными операторами с разными средствами измерений и реактивами).

12.4. Контроль погрешности методики проводят по размаху между результатом определения содержания компонента и их аттестованными значениями в стандартном образце (СО) или аттестованной смеси (АС).

Решение об удовлетворительной погрешности методики принимают при выполнении условия:

$$|X - C| \leq K, \qquad (11)$$

где X - результат определения содержания компонентов СО(АС);

C - аттестованные значения СО (АС);

K - норматив оперативного контроля погрешности методики.

12.5 Нормативы оперативного контроля погрешности МВИ приведены в таблице 12:

Таблица 12

| Определяемый компонент | Диапазон измеряемых значений определяемого компонента, млн.$^{-1}$ | Нормативы оперативного контроля, P = 0,95, млн $^{-1}$ | | |
|---|---|---|---|---|
| | | погрешности методики, K | воспроизводимости, D m = 2 | сходимости, d n = 2 |
| Кадмий | Нижний предел для Cd составляет 1 млн$^{-1}$; других металлов –20 млн$^{-1}$; верхний предел не ограничен | 34 | 14 | 11 |
| Кобальт | | 18 | 25 | 11 |
| Медь | | 16 | 14 | 11 |
| Марганец | | 18 | 19 | 14 |
| Никель | | 23 | 17 | 14 |
| Хром | | 25 | 22 | 17 |
| Цинк | | 35 | 19 | 8,3 |

Приложение

Справочное

# ТЕРМИНЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В НАСТОЯЩИХ МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЯХ, И ПОЯСНЕНИЯ К НИМ

| Термин | Пояснение |
|---|---|
| Абсолютно – сухая проба почвы | по ГОСТ 27593 |
| Воздушно – сухая проба почвы | по ГОСТ 27593 |
| Квартование | по РД 52.18.156 |
| Навеска | Необходимая для анализа масса пробы почвы, взвешенная с определенной точностью на аналитических весах |
| Проба почвы | Определенное количество почвы, взятое в соответствии с нормативно- технической документацией для исследований |
| Почвенная вытяжка | по ГОСТ 27593 |

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 УТВЕРЖДЕН Государственным комитетом СССР по гидрометеорологии

2 ИСПОЛНИТЕЛИ:
П. Е. Тулупов, д-р хим. наук, профессор;
Л. И. Журавлева; В. С. Седунов; А. Ф. Ковалев; Ю. С. Дыхалин;
В. А. Красковская; Н. Н. Лазарева

3 ЗАРЕГИСТРИРОВАН

4 АТТЕСТАТ Выдан НПО «Тайфун», № 6 от 29.06.90 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО – ТЕХНИЧЕСКИЕ И НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисления, обозначения |
|---|---|
| ГОСТ 8.135 – 74 | 2.4.9 |
| ГОСТ 8.326 – 78 | 2.3 |
| ГОСТ 8.315 – 84 | 2.3 |
| ГОСТ 12.1.007 – 76 | 10.7 |
| ГОСТ 17.4.3.01 – 83 | 3.2 |
| ГОСТ 17.4.4.02 – 84 | 3.10 |
| ГОСТ 1770 – 74 | 2.1.4; 2.1.5; 2.1.6; 2.1.8; 2.1.9; 2.1.10 |
| ГОСТ 61 – 75 | 2.4.2 |
| ГОСТ 3760 – 79 | 2.4.1 |
| ГОСТ 5457 – 75 | 2.4.7 |
| ГОСТ 6709 – 72 | 2.4.5 |
| ГОСТ 9147 – 80 | 2.2.4 |
| ГОСТ 17433 – 80 | 2.4.8 |
| ГОСТ 20292 – 74 | 2.1.7 |
| ГОСТ 22261 – 82 | 2.1.3 |

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисления, обозначения |
|---|---|
| ГОСТ 23932 – 79 | 2.2.7; 2.2.9 |
| ГОСТ 24104 - 88 | 2.1.1 |
| ГОСТ 25336 - 82 | 2.2.8 |
| ГОСТ 27593 - 8 | Приложение |
| РД 52.18.70 - 86 | 11.1 |
| РД 52.18.156 - 88 | Приложение |
| МИ 1317- 86 | 8.2 |
| ТУ 6-09-1678 - 77 | 2.2.6 |
| ТУ 6-19-110 - 78 | 2.2.5 |
| ТУ 16-1-721 - 79 | 2.2.2 |
| ТУ 16-531-099 - 67 | 2.2.1 |
| ТУ 25-11-1102 - 78 | 2.2.3 |
| Правилами по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета, - Л.: Гидрометеоиздат, 1983.- с.161-169 | 10.1 |
| Методические рекомендации по проведению полевых и лабораторных исследований почв и растений при контроле загрязнения окружающей среды металлами – М.: Гидрометеоиздат, 1981. - С.9-33 | 3.2 |
| Временные методические рекомендации по контролю загрязнения почв - М.: Гидрометеоиздат, 1983. - С.82-84 | 3.2 |

# СОДЕРЖАНИЕ


| | | |
|---|---|---|
| | Вводная часть | 1 |
| | Сущность метода анализа | 2 |
| | 1.1 Сущность метода анализа подвижных форм металлов | 2 |
| | 1.2 Блок-схема атомно-абсорбционного спектрофотометра | 2 |
| | 1.3 Оптимизация аппаратурных условий атомно-абсорбционного анализа | 4 |
| | 1.4. Методы устранения мешающих влияний при атомно-абсорбционном анализе | 5 |
| 2 | Средства измерений, оборудование материалы, реактивы | 7 |
| | 2.1. Средства измерений | 7 |
| | 2.2. Оборудование, материалы | 8 |
| | 2.4. Реактивы | 9 |
| 3 | Отбор проб | 10 |
| 4 | Подготовка к анализу | 11 |
| | 4.1 Подготовка проб почвы к анализу | 11 |
| | 4. 2 Приготовление растворов, используемых в анализе | 11 |
| | 4.3 Определение гигроскопической воды в пробах почвы | 12 |
| 5 | Проведение анализа | 14 |
| | 5.1. Извлечение подвижных форм соединений металлов из проб почвы | 14 |
| 6 | Подготовка средств измерений к работе | 15 |
| | 6.1 Приготовление буферных растворов для калибровки иономера ЭВ- 74 | 15 |
| | 6.2 Приготовление рабочих стандартных растворов солей металлов | 16 |

6.3 Приготовление калибровочных растворов солей металлов.... 17
6.4 Способ построения калибровочных графиков ..... 19
7 Выполнение измерений ..... 21
7.1 Программа работ на атомно-абсорбционном спектрофотометре..... 21
7.2 Программа работ на иономере ..... 23
8 Вычисление и оформление результатов измерений ..... 24
8.1 Вычисление результатов измерений массовой доли подвижных форм металлов ..... 24
9 Требования к квалификации аналитика ..... 25
10 Требования безопасности ..... 25
11 Нормы затрат рабочего времени на анализ ..... 26
12 Контроль погрешности МВИ ..... 29
Приложение. Термины, используемые в настоящих методических указаниях, и пояснения к ним ..... 31
Информационные данные ..... 32

# ЛИСТ РЕГИСТЦИИ ИЗМЕРЕНИЙ

| Номер изменения | Номер листа (страницы) | | | | Номер документа | Подпись | Дата внесения изменения | Дата введения изменения |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | измененного | замененного | нового | аннулированного | | | | |
| | Изменение внесено при переиздании | | | | | | | |

gost.e-ecolog.ru