ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55845— 2013

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Определение примесей химических элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ» (ФГУП «ИРЕА»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1827-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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 Отбор проб 2
4 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы 2
5 Подготовка к анализу 3
6 Проведение анализа 4
7 Обработка результатов 6
8 Метрологические характеристики 6
9 Протокол испытания 7
Приложение А (справочное) Методики приготовления растворов солей лантана, индия, иридия 9
Приложение Б (рекомендуемое) Длины волн аналитических линий определяемых элементов и потенциальные спектральные влияния при их использовании 10
Приложение В (справочное) Границы относительной погрешности результатов определения массовой концентрации элементов в питьевой воде (по данным ГОСТ 31870) 13
Приложение Г (справочное) Пределы обнаружения элементов при использовании радиальной и аксиальной схем наблюдения 15
Приложение Д (справочное) Метод оценки предела обнаружения $C_{про}$ 17

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РЕАКТИВЫ И ОСОБО ЧИСТЫЕ ВЕЩЕСТВА

Определение примесей химических элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой

Reagents and high purity substances.
Determination of impurities of chemical elements by atomic-emission spectrometry with inductively coupled plasma

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой определения массовых долей примесей: серебра, алюминия, мышьяка, золота, бора, бария, бериллия, висмута, кальция, кадмия, кобальта, хрома, меди, железа, галлия, ртути, индия, иридия, калия, лантана, лития, фосфора, магния, марганца, молибдена, натрия, никеля, свинца, палладия, платины, родия, серы, сурьмы, селена, кремния, олова, стронция, тантала, титана, таллия, ванадия, цинка, циркония.

Сущность метода заключается в возбуждении атомов пробы в индуктивно-связанной плазме и измерении интенсивности аналитической линии определяемого химического элемента (далее — элемента) при распылении раствора анализируемой пробы в плазму. Связь интенсивности линии с концентрацией элемента в растворе устанавливают с помощью градуировочной функции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная, стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3885 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 15150 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 24147 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27565 Вещества особо чистые. Концентрирование микропримесей методом упаривания

ГОСТ 27868 Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей экстракцией

ГОСТ 27869 Вещества особо чистые. Метод концентрирования микропримесей ионным обменом

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009[1)] Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

[1)] Заменен на ISO/IEC 17025—2019.

Издание официальное

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

ГОСТ Р 31870 Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии

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

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 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, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

Пробу анализируемого продукта отбирают в соответствии с правилами отбора проб по ГОСТ 3885 и указаниями, изложенными в соответствующем разделе нормативного документа (НД) на конкретный продукт.

4 Аппаратура, посуда, реактивы, растворы

Атомно-эмиссионный спектрометр с радиочастотным электромагнитным генератором для возбуждения индуктивно связанной аргоновой плазмы, оборудованный устройством для контроля скоростей потока аргона, компьютером для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов, зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений. Рекомендуется использовать атомно-эмиссионные спектрометры различных типов с аксиальной и радиальной системами наблюдения. Рабочий диапазон длин волн — 160—850 нм, спектральное разрешение не менее 0,007 нм; спектрометр снабжен набором фотоумножителей или панорамным детектором. Программное обеспечение должно контролировать работу спектрометра, осуществлять полную автоматизацию измерений и управление вспомогательными системами для ввода проб. Результаты анализа должны выводиться на монитор и принтер в принятом формате, сохраняться в виде файла на жестком диске компьютера и переноситься на другие носители для дальнейшего использования.

Колбы мерные 2—(25; 100; 1000)—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1(2)—1(2)—1(2)—1(2; 5; 10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры мерные 1—(50; 250)—1 по ГОСТ 1770.

Оборудование для стадии подготовки проб (электроплитка, электрическая печь, делительные воронки из кварцевого стекла, ионообменные колонки, камера для отгонки и др.) в соответствии с НД на конкретный продукт.

Система лабораторной очистки кислот — методом перегонки без кипения.

Растворы, содержащие определяемые элементы с массовой концентрацией 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212 или государственные стандартные образцы растворов различных катионов ГСО, или сертифицированные многоэлементные растворы с погрешностью содержания индивидуальных элементов ± 1,1 % (например, фирмы HIGH-PURITY).

Лантан азотнокислый шестиводный, х. ч., с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Оксид индия с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

Иридий металлический с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, марки ос. ч. 27-5, дополнительно очищенная методом перегонки без кипения.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, марки ос. ч. 20-4, дополнительно очищенная методом перегонки без кипения.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147, марки ос. ч. 23-5.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501, второй степени чистоты.

Смесь соляной и азотной кислот, очищенных в лабораторных условиях методом перегонки без кипения с объемной долей азотной кислоты 3,5 % и объемной долей соляной кислоты 15 % (раствор 0); готовят по 5.1.1.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157, высший сорт.

Полиэтиленовые флаконы высокой чистоты.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Подготовка к анализу

5.1 Приготовление вспомогательных растворов

Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

5.1.1 Приготовление раствора О

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят примерно 500 см^3 воды, затем добавляют 35 см^3 концентрированной азотной и 150 см^3 концентрированной соляной кислот, перемешивают, объем доводят водой до метки.

5.2 Приготовление растворов для градуировки спектрометра

Предварительно, с учетом химических свойств отдельных элементов и элементного состава индивидуальных стандартов, готовят промежуточные растворы.

5.2.1 Составы промежуточных растворов

Раствор П1 — промежуточный раствор, содержащий литий, натрий, калий, магний, кальций, стронций, барий.

Раствор П2 — промежуточный раствор, содержащий ванадий, хром, марганец, железо, кобальт, никель, медь, цинк.

Раствор П3 — промежуточный раствор, содержащий бериллий, алюминий, галлий, селен, олово, сурьму, таллий, свинец, висмут.

Раствор П4 — промежуточный раствор, содержащий бор, кремний, титан, цирконий, молибден, тантал.

Раствор П5 — промежуточный раствор, содержащий родий, палладий, кадмий, индий, лантан, иридий, платину.

Раствор П6 — промежуточный раствор, содержащий золото.

Раствор П7 — промежуточный раствор, содержащий мышьяк.

Раствор П8 — промежуточный раствор, содержащий серебро.

Раствор П9 — промежуточный раствор, содержащий ртуть.

Раствор П10 — промежуточный раствор, содержащий фосфор, серу.

Не допускается использование растворов лития, натрия и калия, полученных из сульфатов перечисленных элементов.

Методики приготовления типовых растворов лантана, индия, иридия приведены в приложении А.

В случае использования растворов ГСО золота и мышьяка концентрацией 0,1 мг/см^3 эти растворы используют как промежуточные растворы П6 и П7 соответственно.

5.2.2 Способ приготовления

Пипеткой отбирают по 2,5 см^3 растворов содержащих 1 мг/см^3 определяемых элементов и помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3. При приготовлении растворов П1—П6, П9, П10 объем раствора в колбе доводят до метки раствором О.

При приготовлении раствора П8 объем до метки доводят концентрированной азотной кислотой с добавлением 0,25 см^3 водного аммиака.

Массовая концентрации каждого из определяемых элементов в растворах П1—П10 составляет 100 мг/дм^3.

Погрешность массовой концентрации каждого элемента в растворах П1—П10 составляет ± 1,1 мг/дм^3.

Приготовленные промежуточные растворы переносят в полиэтиленовые флаконы и хранят не более 1 года.

5.2.3 Приготовление градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипетками отбирают объемы промежуточных растворов согласно таблице 1, доводят до метки раствором О и перемешивают. Каждый из градуировочных растворов готовят два раза (параллельные).

Градуировочные растворы готовят с учетом химических свойств отдельных элементов, элементного состава индивидуальных стандартов и перечня элементов, по которым необходимо выполнить анализ. Градуировку по фосфору и сере осуществляют отдельно.

Растворы следует хранить не более 2 недель при комнатной температуре.

Допускается использование других способов приготовления градуировочных растворов (составы промежуточных растворов, приготовленных из многоэлементных стандартных растворов, могут отличаться от указанных в 5.2.1) при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Характеристики градуировочных растворов для определения примесей элементов

Обозначение градуировочного раствора	Вводимый объем промежуточного раствора, $см^3$	Массовая концентрация элементов, $мг/дм^3$	Границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находится значение абсолютной погрешности, ± $мг/дм^3$
ГО-0	—	0	—
ГО-1	1,0	1,0	0,01
ГО-2	5,0	5,0	0,07
ГО-3	10,0	10,0	0,15

При анализе раствора, полученного после растворения пробы, градуировочные растворы с указанными выше массовыми концентрациями элементов готовят на основе соответствующего раствора анализируемого вещества. В качестве основы для градуировочных растворов используют специально подобранные реактивы, не содержащие примеси определяемых элементов. В случае отсутствия таковых остаточную массовую концентрацию примесей находят методом добавок с внесением коррекции в содержание примесей в градуировочных растворах.

5.3 Приготовление анализируемой пробы

Подготовку проб осуществляют в соответствии с нормативным документом на конкретный продукт. Готовят не менее двух растворов для каждой пробы (параллельные определения).

5.3.1 Без предварительного концентрирования

Готовят раствор, содержащий 0,1 % — 5,0 % материала пробы в зависимости от состава пробы, перечня и уровня определяемых примесей. Для перевода пробы в раствор используют методы кислотного и щелочного растворения, описанные в соответствующих НД на анализируемый продукт.

5.3.2 С предварительным концентрированием

Анализируемую пробу в зависимости от ее состава, перечня и уровня концентрации определяемых элементов концентрируют выбранным методом: упариванием и дистилляцией по ГОСТ 27565, экстракцией по ГОСТ 27868, ионным обменом по ГОСТ 27869. Условия проведения концентрирования, а также подготовка контрольного раствора описаны в соответствующих НД на анализируемый продукт. Конечный концентрат примесей готовят на основе раствора О.

6 Проведение анализа

6.1 Общие указания

Подготовку к работе и работу на приборе проводят согласно инструкции по его эксплуатации. Программа измерений должна включать таблицу длин волн аналитических линий и точек коррекции фона, таблицы концентраций градуировочных растворов, таблицу параметров плазмы.

Рекомендуемые длины волн аналитических линий для определяемых элементов приведены в приложении Б.

Допускается использование других линий, при этом следует избегать использования линий, на которых появляются наложения спектральных линий анализируемого продукта или наблюдается сложное изменение фона.

Коррекцию фона при возникновении матричных эффектов и учет взаимного влияния измеряемых элементов за счет спектральных наложений проводят при помощи программного обеспечения

спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Выявление эффекта интерференции и расчет необходимых поправок, учитывающих возможное влияние интерферирующих элементов, проводят на государственных стандартных образцах водных растворов элементов со значениями массовых концентраций элементов не менее 100 мг/дм^3 или приготовленных по ГОСТ 4212. Выбор точек коррекции фона проводят на градуировочных растворах смеси элементов путем измерения интенсивности фонового сигнала с одной или обеих сторон измеряемой спектральной линии элемента. Следует избегать выбора точек коррекции фона для определяемого элемента в области, в которой возможно появление спектральных наложений линий других элементов. Некоторые мешающие определению элементы приведены в приложении Б.

6.2 Условия проведения анализа

Анализ следует проводить при нормальных климатических условиях по ГОСТ 15150.

6.2.1 Выбор параметров плазмы

Используют потоки газа, мощность высокочастотного (ВЧ) поля и высоту радиального наблюдения плазмы, рекомендуемые изготовителем спектрометра[1)].

6.2.2 Определение рабочих характеристик спектрометра

В зависимости от типа и марки спектрометра определяют оптимальную настройку для основных рабочих характеристик.

В случае необходимости проводят оптимизацию некоторых рабочих характеристик спектрометра, таких как напряжение на фотоэлектронном умножителе (ФЭУ), время интегрирования, число интегрирований, *x*-*y*-центрирование факела плазмы.

6.2.3 Определение параметров ввода проб

При определении параметров ввода пробы:

- используют значение расхода пробы при вводе в распылитель, рекомендованное в руководстве по эксплуатации спектрометра, или оптимизируют режим работы распылителя для достижения оптимального соотношения между интенсивностью сигнала и скоростью ввода проб;

- определяют подходящее время промывки системы ввода пробы, расход пробы при промывке и время задержки считывания. Проводят испытания для подтверждения отсутствия значительных эффектов памяти.

6.3 Проведение анализа

Перед началом работы спектрометр необходимо продуть аргоном в течение установленного времени в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Время прогрева прибора после включения составляет 30—60 мин. Время стабилизации спектрометра после плазмы поджига составляет 10—20 мин. Во время стабилизации плазмы необходимо вводить градуировочный контрольный раствор в плазму, так как в противном случае свойства плазмы во время анализа будут другими.

Вводят градуировочные растворы в плазму в порядке увеличения их концентраций и измеряют интенсивность излучения для каждого раствора. На компьютере, подсоединенном к спектрометру, получают градуировочный график для определяемых элементов предпочтительно методом линейного регрессионного анализа. Интенсивность излучения по контрольному градуировочному раствору вычитают (вручную либо автоматически программным обеспечением) из интенсивностей излучения по другим растворам сравнения, при этом градуировочный график должен выходить из начала координат. Градуировку повторяют, если коэффициент корреляции R^2 хотя бы по одному определяемому элементу составляет менее 0,999.

Поочередно вводят градуировочный контрольный раствор и анализируемые растворы пробы в плазму и измеряют интенсивность излучения. Для определения массовой концентрации определяемых элементов используют полученный градуировочный график.

Если массовая концентрация определяемых элементов пробы превышает верхний предел линейного диапазона градуировочного графика, то раствор разбавляют, соблюдая при необходимости совпадение состава пробы, и повторяют определение.

[1)] В большинстве случаев использование рекомендуемых изготовителем параметров обеспечивает режим работы, наиболее подходящий для многоэлементного анализа. При необходимости следует оптимизировать эти параметры для конкретного применения.

7 Обработка результатов

Массовую концентрацию определяемого элемента в навеске пробы для каждого определения $X_{i,m}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X_{i,m} = (C_i - C_x)\frac{A}{m}. \quad (1)$$

Массовую концентрацию определяемого элемента в объеме пробы для каждого определения $X_{i,v}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X_{i,v} = (C_i - C_x)\frac{A}{V}, \quad (2)$$

где C_i — концентрация i-го элемента в анализируемом растворе (параллельные определения), найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

C_x[1)] — концентрация элемента в контрольном растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

A — общий объем раствора после разбавления или концентрирования, см^3;

m — масса пробы , г;

V — объем пробы, см^3.

Вычисляют среднее значение содержания элемента для двух определений $\overline{X}$ по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

и проверяют приемлемость результатов параллельных определений по условию

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}} 100 \le r, \quad (4)$$

где r — норматив контроля (предел повторяемости результатов двух параллельных определений), используют значения, указанные в таблице 2.

При выполнении условия (4) $\overline{X}$ округляют до двух значащих цифр в ряду значений 1,0…3,4 и до одной значащей цифры в ряду значений 3,5…9,4 и принимают в качестве результата измерений.

При превышении норматива контроля r определения необходимо повторить, выявив и устранив причину неудовлетворительных результатов.

Результат определения массовой концентрации элемента в объеме пробы X_v, мг/дм^3, или массовой концентрации элемента в навеске пробы X_m, мг/кг, представляют в виде

$$X_v = \overline{X}_{i,v}(1{,}00 \pm 0{,}01\Delta) \text{ или}$$

$$X_m = X_{i,m}(1{,}00 \pm 0{,}01\Delta), \quad (5)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета в доли единицы значения погрешности в массовых долях, %;

$\pm\Delta$ — границы суммарной погрешности измерения содержания элемента, %, при доверительной вероятности P = 0,95. Используют значение Δ, %, указанное в НД на конкретный продукт (примеры относительной суммарной погрешности результатов анализа приведены в приложении В).

8 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики метода с учетом границ поддиапазонов измерений по отдельным элементам представлены в таблице 2.

[1)] В качестве контрольного при определении C_x необходимо использовать раствор, прошедший все этапы подготовки пробы, содержащий равные количества реактивов, как и раствор анализируемой пробы, но не содержащий исходной пробы.

Таблица 2 — Метрологические характеристики

Поддиапазоны массовых концентраций элементов, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, %	Показатель точности (границы допускаемой относительной погрешности при вероятности P = 0,95, расширенная неопределенность с коэффициентом охвата K = 2) ± δ, %	Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух разных лабораториях в условиях повторяемости (по ГОСТ Р ИСО 5725-6) $CD_{0,95}$, %
Массовые концентрации первого поддиапазона [от предела обнаружения* до значений, превышающих его в несколько (до 10) раз]	20…30	25…40	35…56
Массовые концентрации второго поддиапазона (от предела обнаружения* до значений, превышающих его в 10—50 раз)	15…20	15…25	21…35
Массовые концентрации третьего поддиапазона (значения, превышающие более чем в 50 раз предел обнаружения*)	10…15	10…15	15…21
* Метод определения предела обнаружения указан в приложении В.			

Значения показателей точности метода и процедуры их контроля, приведенные в настоящем стандарте, подлежат уточнению в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р ИСО 5725-6 по диапазонам измерений концентраций химических элементов, указанным в технической документации на группы химической продукции или отдельные химические соединения.

Сохранение значений характеристик точности результатов анализа контролируют по стабильности градуировочных характеристик для каждого элемента.

Стабильность градуировочных характеристик проверяют по результатам анализа контрольных растворов (один из рабочих градуировочных растворов таблицы 1) каждый раз после выполнения 8 измерений (16 параллельных определений) и в конце измерений.

Контроль проводят для каждого элемента, определяемого в испытуемом образце.

Результат контроля считают положительным при выполнении условия

$$\frac{\left|C_i - C_p\right|}{C_p} 100 \le K_c, \qquad (6)$$

где C_i — результат измерений массовой концентрации элементов в контрольном растворе, мг/дм^3;

C_p — приписанное значение массовой концентрации элемента в контрольном растворе, мг/дм^3;

K_c — норматив контроля, значение которого составляет ± 10 % и подлежит уточнению по отдельным элементам в НД на конкретные продукты.

В случае превышения норматива контроля необходимо заново построить градуировочный график и повторить измерения.

В приложениях Г, В и Д приведены некоторые характеристики метода:

- пределы обнаружения элементов при использовании радиальной и аксиальной схем наблюдения плазмы по данным одной из фирм-производителей спектрометров АЭС ИСП (приложение Г);
- границы относительной погрешности определения массовой концентрации элементов в водных растворах при доверительной вероятности P = 0,95 (приложение В, по данным ГОСТ 31870);
- метод оценки предела обнаружения (приложение Д).

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен соответствовать требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и содержать:

- наименование пробы (вещества, материала);
- наименование заказчика;

- время поступления пробы в испытательную лабораторию, ее объем (количество), состояние упаковки;

- дату, место отбора пробы и состав комиссии по отбору пробы;

- перечень показателей (элементов), подлежащих определению по требованию заказчика;

- результаты испытаний с заключением об их соответствии или несоответствии требованиям заказчика или НД;

- использованные средства измерений и испытательное оборудование при проведении испытаний с указанием свидетельств о поверке (аттестатов, сертификатов) и сроков их действия;

- должности, фамилии с инициалами и подписи лиц, проводивших испытание, и лица, утверждающего протокол.

По согласованию с заказчиком объем сведений, приводимых в протоколе испытаний, может быть изменен.

Протокол оформляют на бланке аккредитованной испытательной лаборатории (центра), содержащем сведения об аттестате аккредитации и сроке его действия.

Приложение А
(справочное)

Методики приготовления растворов солей лантана, индия, иридия

А.1 Приготовление раствора соли лантана с концентрацией ионов металла 1мг/см^3

Шестиводный азотнокислый лантан высушивают до постоянной массы при температуре 100 °С —105 °С.

3,1170 г шестиводного нитрата лантана растворяют в 50 см^3 раствора О, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора до метки раствором О.

А.2 Приготовление раствора ионов индия концентрацией 1 мг/см^3

0,1209 г оксида индия (III) растворяют в 5 см^3 смеси концентрированных азотной и соляной кислот (3 : 1) и выпаривают почти досуха. Растворение и выпаривание повторяют. Остаток растворяют в 10 см^3 раствора О, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки раствором О.

А.3 Приготовление раствора ионов иридия концентрацией 1 мг/см^3

0,1000 г порошка иридия помещают в автоклав, добавляют 5 см^3 смеси концентрированных азотной и соляной кислот (3 : 1), герметично закрывают и помещают в электрическую печь. Растворение проводят при температуре 220 °С в течение 5 ч. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки раствором О.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Длины волн аналитических линий определяемых элементов и потенциальные спектральные влияния при их использовании

Таблица Б.1

Определяемый элемент	Линия, нм	Возможные спектральные наложения
1 Серебро (Ag)	328,07 338,29	Zr, Fe Cr, V, Sb
2 Алюминий (Al)	167,08 308,22 396,15	Fe V, Mn Fe, Mo
3 Мышьяк (As)	189,04 193,76 197,26	C, Cr, Pd V Pb, Co, Pd
4 Золото (Au)	242,79 267,59 208,21	Mn, Sr, Al, Ti Mn Si, Pd
5 Бор (B)	208,96 249,68 249,77	Co, Mo, Fe, Co, Pd Al, Co, Fe
6 Барий (Ba)	233,53 455,40 493,41	V Cr, Zr
7 Бериллий (Be)	234,86 313,04 313,11	Ti, Ni, Mo V Ti, Zr
8 Висмут (Bi)	223,06 306,77	Mo
9 Кальций (Ca)	315,89 317,93 393,37	Cr, Co, Zr, Mo B, Fe
10 Кадмий (Cd)	214,44 226,50 228,80	K, Fe, Co Co, As
11 Кобальт (Co)	228,62 230,79 238,89	Ti, Ba Ni, Mo Al, V, Fe, Mo
12 Хром (Cr)	205,56 267,72 283,56 284,33	Ni, Mo P Fe, Co Fe
13 Медь (Cu)	324,75 327,40	Fe, Mo Na
14 Железо (Fe)	238,20 259,94	Fe, Co Mo
15 Галлий (Ga)	294,36 417,21	Ti, Fe
16 Ртуть (Hg)	184,73 194,23	V

Продолжение таблицы Б.1

Определяемый элемент	Линия, нм	Возможные спектральные наложения
17 Индий (In)	230,61 325,61 303,94	Mn, Mo, Fe Fe
18 Иридий (Ir)	224,27 212,68 205,22	Cu, Ni V Mo
19 Калий (K)	766,49 769,90	Fe, Cu
20 Лантан (La)	333,75 412,32 379,48	Fe V, Mn, Ti Gr, Li
21 Литий (Li)	460,29 670,78	Zr V
22 Фосфор (P)	177,49 213,62	Cu, C Mo
23 Магний (Mg)	279,08 279,55 285,21	Ti, Fe, Mn, Co Zr, Mo
24 Марганец (Mn)	257,61 293,31	
25 Молибден (Mo)	202,03 204,60	
26 Натрий (Na)	588,99 589,59 330,24	C, Ar S, Mo Pd, Ti, Zn, S
27 Никель (Ni)	231,60 221,65 305,08	O, Co, Pd, Sb Si, Mo V
28 Свинец (Pb)	217,00 220,35 283,31	Ag, N, Bi Fe
29 Палладий (Pd)	340,46 324,27 229,65 342,12	Mo, Fe Ni, Fe, Co, Mn Cr, Ni, Ba
30 Платина (Pt)	214,42 203,65 265,94 224,55	W, Mo, Cd, S Cd, Co, Al P, Al Fe, Ba, W
31 Родий (Rh)	343,49 369,24 233,48	Mo S, Mo, Si, Ni
32 Сера (S)	180,73 182,03	Ca, Al
33 Сурьма (Sb)	206,83 217,58	Mo, Sn Pb
34 Селен (Se)	196,09	Pd, Al
35 Кремний (Si)	212,41 251,61 288,16	S, V, Mo, Pd V, Zn, Mo, Cd Al

Окончание таблицы Б.1

Определяемый элемент	Линия, нм	Возможные спектральные наложения
36 Олово (Sn)	189,99 235,48	Ti, Fe, Ni, Mo
37 Стронций (Sr)	407,77 421,55 460,73	Cr Zr N, Fe
38 Тантал (Ta)	268,52 240,06 226,23	Ti, V, Co Fe Pd
39 Титан (Ti)	334,94 336,12 337,28 368,52	Cr, Ni C, V, Mo Pd Cr, Mn
40 Таллий (Tl)	190,86 276,79 377,57	Mo Ni, Fe
41 Ванадий (V)	290,88 292,40 310,23 311,07	C, O Cr, Fe K, Ca Ti, Mn, Co, Zr, Mo
42 Цинк (Zn)	206,20 213,87	Ti, Ni Fe, Ni, Cu
43 Цирконий (Zr)	343,82 339,20 343,82	Mo

Приложение В
(справочное)

Границы относительной погрешности результатов определения массовой концентрации элементов в питьевой воде (по данным ГОСТ 31870)

Таблица В.1

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Показатель точности (границы допускаемой относительной погрешности при вероятности P = 0,95) ± Δ, %
1 Серебро (Ag)	От 0,005 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	20 15
2 Алюминий (Al)	От 0,01 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	32 24 16
3 Мышьяк (As)	От 0,005 до 0,02 включ. Св. 0,02 до 0,2 включ. Св. 0,2 до 50 включ.	36 26 15
4 Бор (B)	От 0,01 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	34 24 15
5 Барий (Ba)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	26 20 15
6 Бериллий (Be)	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ.	36 32 24 15
7 Висмут (Bi)	От 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ.	24 16
8 Кальций (Ca)	От 0,01 до 1,0 включ. Св. 1,0 до 50 включ.	24 16
9 Кадмий (Cd)	От 0,0001 до 0,001 включ. Св. 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 1,0 включ. Св. 1,0 до 10 включ.	36 32 24 10
10 Кобальт (Co)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ.	26 20 15
11 Хром (Cr)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	26 20 15
12 Медь (Cu)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	42 26 16
13 Железо (Fe)	От 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 5,0 включ. Св. 5,0 до 50 включ.	25 15 10
14 Калий (K)	От 0,05 до 1,0 включ. Св. 1,0 до 10 включ. Св. 10 до 500 включ.	24 17 15

Окончание таблицы В.1

Наименование элемента	Массовая концентрация элемента, мг/дм^3	Показатель точности (границы допускаемой относительной погрешности при вероятности P=0,95) ±Δ, %
15 Литий (Li)	От 0,001 до 0,1 включ. Св. 0,1 до 50 включ.	30 18
16 Магний (Mg)	От 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50,0 включ.	24 15
17 Марганец (Mn)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ.	35 24 18
18 Молибден (Mo)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ.	26 20 15
19 Натрий (Na)	От 0, 1 до 1,0 включ. Св. 1,0 до 50 включ. Св. 50 до 500 включ.	24 15 10
20 Никель (Ni)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ.	36 26 15
21 Свинец (Pb)	От 0,003 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 0,1 включ. Св. 0,1 до 10 включ.	36 25 20
22 Сурьма (Sb)	От 0,005 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	26 20 15
23 Кремний (Si)	От 0,05 до 1,0 включ. Св. 1,0 до 5,0 включ.	24 15
24 Олово (Sn)	От 0,005 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 5,0 включ.	34 24 15
25 Стронций (Sr)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 10 включ. Св. 10 до 50 включ.	26 20 15 10
26 Титан (Ti)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	36 26 16
27 Ванадий (V)	От 0,001 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 50 включ.	24 20 15
28 Цинк (Zn)	От 0,005 до 0,05 включ. Св. 0,05 до 0,5 включ. Св. 0,5 до 25 включ. Св. 25 до 50 включ.	34 24 18 10

Приложение Г
(справочное)

Пределы обнаружения элементов при использовании радиальной и аксиальной схем наблюдения

Таблица Г.1

В миллиметрах на кубический дециметр*

Элемент	Радиальная схема	Аксиальная схема
1 Серебро (Ag)	0,004	0,001
2 Алюминий (Al)	0,005	0,001
3 Мышьяк (As)	0,04	0,01
4 Золото (Au)	0,01	0,003
5 Бор (B)	0,002	0,0006
6 Барий (Ba)	0,0006	< 0,0001
7 Бериллий (Be)	0,0006	< 0,0001
8 Висмут (Bi)	0,04	0,006
9 Кальций (Ca)	0,0002	< 0,0001
10 Кадмий (Cd)	0,003	0,0006
11 Кобальт (Co)	0,01	0,001
12 Хром (Cr)	0,004	0,001
13 Медь (Cu)	0,004	0,0006
14 Железо (Fe)	0,005	0,0008
15 Галлий (Ga)	0,04	0,004
16 Ртуть (Hg)	0,02	0,004
17 Индий (In)	0,06	0,008
18 Иридий (Ir)	0,02	0,004
19 Калий (K)	0,01	0,001
20 Лантан (La)	0,004	0,0007
21 Литий (Li)	0,0008	0,0002
22 Фосфор (P)	0,03	0,01
23 Магний (Mg)	0,0001	< 0,0001
24 Марганец (Mn)	0,0006	0,0001
25 Молибден (Mo)	0,01	0,002
26 Натрий (Na)	0,004	0,0003
27 Никель (Ni)	0,01	0,002
28 Свинец (Pb)	0,02	0,006
29 Палладий (Pd)	0,02	0,003
30 Платина (Pt)	0,04	0,008

Окончание таблицы Г.1

Элемент	Радиальная схема	Аксиальная схема
31 Родий (Rh)	0,04	0,004
32 Сера (S)	0,07	0,02
33 Сурьма (Sb)	0,07	0,004
34 Селен (Se)	0,07	0,01
35 Кремний (Si)	0,02	0,003
36 Олово (Sn)	0,05	0,006
37 Стронций (Sr)	0,0001	< 0,0001
38 Тантал (Ta)	0,04	0,01
39 Титан (Ti)	0,001	0,0003
40 Таллий (Tl)	0,04	0,01
41 Ванадий (V)	0,009	0,0007
42 Цинк (Zn)	0,002	0,0006
43 Цирконий (Zr)	0,004	0,0006
* Пределы обнаружения рассчитаны по 3δ-критерию (см. приложение Д).		

Приложение Д
(справочное)

Метод оценки предела обнаружения $C_{про}$

Вводят в распылитель контрольный раствор в течение примерно 60 с. Снимают показание значения интенсивности сигнала при заранее выбранном времени интегрирования 5—15 с. Для оценки вариабельности съемку показаний повторяют 10 раз, используя каждый раз вновь приготовленный градуировочный контрольный раствор. Вводят раствор 1 концентрацией C_1, соответствующей примерно $10 \cdot C_{про}$, где $C_{про}$ — предел обнаружения, мг/дм^3, и снимают 10 показаний значения интенсивности сигнала с тем же временем интегрирования, используя каждый раз вновь приготовленный раствор.

По данным, полученным для контрольного раствора и раствора 1, вычисляют значения средних интенсивностей $\overline{J_x}$ и $\overline{J_1}$ соответственно, а также стандартное отклонение интенсивности сигнала для контрольного раствора δ_x.

Рассчитывают предел обнаружения $C_{про}$ для каждого элемента по следующей формуле

$$C_{про} = 3 \cdot \delta_{ch} \cdot \frac{C_1}{J_1 - J_x}, \qquad \text{(Д.1)}$$

где δ_{ch} — стандартное отклонение интенсивности сигнала для градуировочного контрольного раствора;
C_1 — концентрация раствора 1, мг/дм^3;
J_1 — среднее значение интенсивностей сигналов раствора 1;
J_x — среднее значение градуировочного контрольного раствора.

УДК 543.421.1:006.354 ОКС 71.040.50

Ключевые слова: реактивы, особо чистые вещества, определение химических элементов, примеси, атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 26.09.2019. Подписано в печать 17.10.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,45.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

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