



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы

**АТОМДЫҚ АБСОРБЦИЯЛЫҚ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН
МИКРОЭЛЕМЕНТТЕРДІң МӨЛШЕРІН ГРАФИТТІ ПЕШТІ
ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ АНЫҚТАУ**

Качество воды

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ
АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С
ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ**

КР СТ 2214-2012

(ISO 15586:2003 Water quality. Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace, MOD)

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар
министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы

**АТОМДЫҚ АБСОРБЦИЯЛЫҚ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН
МИКРОЭЛЕМЕНТТЕРДІҢ МӨЛШЕРІН ГРАФИТТІ ПЕШТІ
ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ АНЫҚТАУ**

KP CT 2214-2012

(ISO 15586:2003 Water quality. Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace, MOD)

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар
министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан метрология институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны және «Технократ Плюс» ЖШС «Машина жасау, металургия, күрылым өнімдері мен қызыметтерін сертификаттау» № 53 стандарттау жөніндегі техникалық комитеті **ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетті төрағасының 2012 жылғы 16 қазандагы № 491-од бұйрығымен **БЕКІТІЛПП ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 15586:2003 «Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace» (Су сапасы. Атомдық-абсорбциялық спектрометрия әдісімен элементтер болуын графитті пешті пайдаланып анықтау) халықаралық стандарттымен бірдей.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

ISO 15586 халықаралық стандарттың ресми данасы Техникалық регламенттер мен стандарттардың бірынғай қорында бар.

Сәйкестік дәрежесі - түрлендірілген (MOD).

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2018 жыл
5 жыл**

АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

Осы стандартта өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде жарияланады, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайын шыгарылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттың сілтеуінде жарияланады. Осы стандарттың қайта қарастырылады. Оның жағдайда штатты хабарлама ай сайын шыгарылатын «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттың сілтеуінде жарияланады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеттінің рұқсатының ресми басылым ретінде толығымен немесе жартылай шыгарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

Су сапасы

**АТОМДЫҚ АБСОРБЦИЯЛЫҚ СПЕКТРОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН
МИКРОЭЛЕМЕНТТЕРДІҢ МӨЛШЕРІН ГРАФИТТЕ ПЕШІТІ
ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ АНЫҚТАУ**

Енгізілген күні 2013-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт беткі, топырақ, ауыз, сарқынды сулар мен тұптік шөгінді суларына таратылады және графит пешіті электротермикалық атомдаумен атомдық-абсорбциялық спектрометрия пайдаланумен Ag, Al, As, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V және Zn элементтерінің жаппай шоғырын анықтау әдістерін белгілейді. Осы әдіс элементтердің төмен шоғырын анықтау үшін қолданылады.

Әр элемент үшін байқаудың ең төменгі шоғыры (байқау шегі) сынаамалар матрицасына, аспаптар, тарату түріне және химиялық түрлендіріштерді пайдалануға байланысты болады. Қарапайым матрицалы су сынаамалары үшін (мысалы еріген заттектер мен бөлшектердің төмен шоғырымен) әдісті байқау шектері сезімтал қуралдардың байқау шектеріне жакын болады. Іріктеу көлемінін 20- μl (мкл) үшін байқау шегінің ең аз қолданылатын мәндері 1-кестеде келтірілген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме құжаттар қажет:

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік техникалық реттеу жүйесі. Халықаралық, оңірлік және шетел мемлекеттерінің ұлттық стандарттарын, басқа стандарттау бойынша нормативтік құжаттарды Қазақстан Республикасында қолдану тәртібі.

ҚР СТ ИСО 5667-1-2006 Су сапасы. Сынаамалар іріктеу. 1-бөлім. Сынаамалар іріктеу бағдарламаларын құрастыру бойынша басшылық.

ҚР СТ ИСО 5667-6-2008 Су сапасы. Сынаамалар іріктеу. 6-бөлім. Өзен мен көлдерден сынаамаларды іріктеу бойынша басшылық.

ГОСТ 8.135-2004 Өлшемдер бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Аралым ертінділер – 2- және 3-разрядты pH жұмысшы эталондарын дайындауга арналған стандарт-титрлер. Техникалық және метрологиялық сипаттамалар. Оларды анықтау әдістері.

ГОСТ 8.315-97 Өлшемдер бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Заттектер мен материалдардың құрамы мен қасиеттерінің стандартты үлгілері. Негізгі ережелер.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық олшемді шыны ыдыс. Ішиңдрде, болшектер, құтылар, сыйнауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

КР СТ 2214-2012

ГОСТ 3771-74 Реактивтер. Бір алмастырылған фосфор қышқылды аммоний. Техникалық шарттар.

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

ГОСТ 6709-72 Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 10157-79 Газ тектес және сұйық аргон. Техникалық шарттар.

ГОСТ 11088-75 Реактивтер. 6-сулы магний нитрат. Техникалық шарттар.

ГОСТ 11125-84 Айрықша таза азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14919-83 Электр плиталар, электр плиткалар және түрмисстық қуыру электр шкафтары. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 14836-82 Үнтақ палладий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 19241-80 Никель және легірленуі томен қысыммен өңделетін никель қорытпалары. Маркалар.

ГОСТ 20298-74 Ион алмасатын шайырлар. Катиониттер. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жасабдық. Түрлері, негізгі параметрлері мен елишемдер.

ISO 5667-3* Water quality. Sampling. Part 3. Guidance on the preservation and handling of water samples (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 3-бөлім. Су сынамаларын сактау және олармен жұмыс істей бойынша нұсқау).

ISO 5667-4* Water quality. Sampling; Part 4. Guidance on sampling from lakes, natural and man-made (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 4-бөлім. Табиғи және жасанды көлдерден сынамаларды іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-5* Water quality. Sampling. Part 5. Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 5-бөлім. Тазарту құрылғылары мен тарату жүйелерінің құбыржолдарынан ауыз су сынамаларын іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-10* Water quality. sampling; part 10. guidance on sampling of waste waters (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 10-бөлім. Сарқынды сулардан сынамаларды іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-11* Water quality. Sampling. Part 11. Guidance on sampling of groundwaters (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 11-бөлім. Топырақ суларының сынамаларын іріктеу бойынша нұсқау).

ISO 5667-15* Water quality. Sampling. Part 15. Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples (Су сапасы. Сынамаларды іріктеу. 15-бөлім. Жауын-шашын мен шөтінділер сынамаларын консервілеу және өндіру бойынша нұсқау).

ISO 15587-1* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 1. Aqua regia digestion (Су сапасы. Суда кейбір

* КР СТ 1.9. сәйкес колданылады

элементтерді анықтау үшін гидролиттік ыдырату. 1-бөлім. Патша сұында гидролиттік ыдырату)

ISO 15587-2* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 2. Nitric acid digestion (Су сапасы. Суда кейбір элементтерді анықтау үшін гидролиттік ыдырату. 2-бөлім. Азот қышқылында гидролиттік ыдырату).

ЕСКЕРТПЕ Осы стандарты қолдану кезінде зертханалардың пайдалану ережелерімен танысу керек. Стандарт қауіпсіздікпен байланысты барлық проблемаларды шешуді қарастырады. Зертхана қызметкери Қазақстан Республикасының аумағында қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес қауіпсіздік және денсаулықты қорғау ережелерін сақтауы керек.

1-кесте – Іріктеме көлемінен 20- μl (мкл) пайдаланған жағдайда су сынамасы үшін тән салмақтар, құралдың байқау шектері мен жұмыстың онтайлы ауқымдары

Элемент	Сипатты масса, m_0^{a} , пг	Анықтау шегі ^b $\mu\text{g/l(мкг/дм}^3\text{)}$	Жұмыстың онтайлы ауқымы ^c $\mu\text{g/l(мкг/дм}^3\text{)}$
Ag	1,5	0,2	от 1 до 10
Al	10	1	от 6 до 60
As	15	1	от 10 до 100
Cd	0,7	0,1	от 0,4 до 4
Co	10	1	от 6 до 60
Cr	3	0,5	от 2 до 20
Cu	5 ^d	0,5	от 3 до 30
Fe	5	1	от 3 до 30
Mn	2,5	0,5	от 1,5 до 15
Mo	10	1	от 6 до 60
Ni	13	1	от 7 до 70
Pb	15	1	от 10 до 100
Sb	20	1	от 10 до 100
Se	25	2	от 15 до 150
Tl	10 ^d	1	от 6 до 60
V	35	2	от 20 до 200
Zn	0,8	0,5	от 0,5 до 5

^a Элементтің тән салмағы (m_0) жүтуудың біріктілген коэффициентін бағалау үшін пайдалану кезінде 0,0044 с белгісіне сәйкесстін пикограммада салмақ болып табылады (шын алды).

^b Байқау шектері үшке көбейтілген нөлдік ерітінділердің кайталанатын өзгерістерінің ауытқуы ретінде есептеледі.

^c Онтайлы жұмыс ауқымы 0,05 с және 0,5 с арасында жүту коэффициентінің біріктілген көрсеткіштеріне сәйкесстін шоғырлану аралығы ретінде анықталады.

^d Егер Зееман фонын тузыту пайдаланса, m_0 мәні жоғары болады.

* ҚР СТ 1.9. сәйкес қолданылады

3 Әдіс негізі

Су сынамаларын қышқылмен өндеп немесе ферментативті гидролиз пайдаланып консервілейді. Тұп жиындыларының сынамалары өнделеді. Шағын аналитикалық үлгі ерітіндісінің өлшендісі атомды-абсорбциялық спектрометрдің графитті пешіне бұркіледі. Температураны біртіндеп үлгайтып пешті электримен кыздырады. Улгіні кептіреді, күйдіреді және үтітеді. Атомды-абсорбциялық спектрометрия әдісі спектрометрдің графитті пешінде талданатын сынаманы электротермиялық атомдау нәтижесінде түзілетін анықталатын элементтің атомды буымен толқынның резонансты ұзындығын сәулелендіруді жүтуды олшеуге негізделген. Таісті көз анықталған элемент (немесе элементтер) үшін тән сәуле шашыратады. Сәуле шуағы графит пеште кыздырылған атомдық бұлт арқылы өтетін кезде, сәуле тандалған элемент(тер) атомдарымен тандап жұтылады. Сәуле карқындылығының кемуі толқынның тән ұзындығында байқау құралымен өлшенеді. Улгіде элементті шоғырландыру үлгіні жұту коэффициентін және градуирлеу ерітіндісінің жұту коэффициентімен салыстыру арқылы анықталады. Қажет жағдайда кедергілер үлгілерге талдауды бастағанға дейін матрицалық түрлендіргіштерді араластыру жолымен немесе қоспалардың стандартты әдісімен градуирлеуді жүзеге асыру жолымен жасала алады.

Нәтижелер судың куб метріне немесе шөгінді қалдықтарда құрғақ материал килограмына талдау (микрограммдар (μg) немесе миллиграммдар (mg)) кезінде анықталатын анализ затtekтер массасы түрінде берілген.

4 Талдау нәтижелеріне заттардың әсері

Улгінің кейбір ерітінділері, әсіресе сарқынды сулар мен шөгінді қалдықтарына ферментативті күйдіру нәтижелерге әсер ететін затtekтердің үлкен санынан тұруы мүмкін. Хлоридтің жоғары шоғыры төмен нәтижелер себебі болуы мүмкін, себебі көптеген элементтердің буланғыштығы ұлғаяды және күйдіру кезеңдері бойына анализ-заттар жогалуы болуы мүмкін. Матрицалық әсер температуралық бағдарламаны онтайландыру, пиrolиттік жабылған құбырлар мен платформаларды пайдалану, химиялық түрлендіргіштерді пайдалану, қосымдардың стандартты әдісі мен фонды түзету арқылы жартылай немесе толығымен жойыла алады.

5 Реактивтер

Улгілерді алдын ала өндеду және ерітінділерді дайындау үшін х.т немесе т.ү.т. маркалы химиялық реактивтер пайдаланылады.

5.1 Су, 1 санатты, ISO 3696 сәйкес ($\leq 0,01 \text{ мсек}/\text{м}$).

Бидистилденген немесе ионсыздандырылған су (дистилденген ГОСТ 6709 бойынша, қайта айналған немесе ион алмасатын шайырмен бағана арқылы өткізілген ГОСТ 20298 бойынша.

5.2 Азот қышқылы, шоғырланған, $c(\text{HNO}_3)=14,4$ моль/дм³, $\rho \approx 1,4$ кг/дм³ (65 %).

Азот қышқылы ГОСТ 4461.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 500 см³ су құяды (5.1-т қара) және 490 см³ шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.3 Азот қышқылы, $c(\text{HNO}_3)=7$ моль/дм³.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 500 см³ су құяды (5.1-т қара) және 490 см³ шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.4 Азот қышқылы, $c(\text{HNO}_3)=1$ моль/дм³.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 500 см³ су құяды (5.1-т қара) және 70 см³ шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.5 Азот қышқылы, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,1$ моль/дм³.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 500 см³ су құяды (5.1-т қара) және 7 см³ шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.5.1 Азот қышқылы $c(\text{HNO}_3) \approx 0,3$ моль/дм³.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 500 см³ су құяды (5.1-т қара) және 21 см³ шоғырланған азот қышқылын қосады (5.2-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араластырады.

5.6 Хлорлы сутекті қышқыл, шоғырланған, $c(\text{HCl})=12,1$ моль/дм³, $\rho \approx 1,19$ кг/дм³ (37 %).

Тұз қышқылы ГОСТ 3118.

5.7 Хлорлы сутекті қышқыл, $c(\text{HCl}) \approx 6$ моль/дм³.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 400 см³ су құяды (5.1-т қара) және 498 см³ шоғырланған хлорлы сутекті қышқылды қосады (5.6-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араастырады.

5.8 Хлорлы сутекті қышқыл, $c(\text{HCl}) \approx 1$ моль/дм³.

Сыйымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 500 см³ су құяды (5.1-т қара) және 83 см³ шоғырланған хлорлы сутекті қышқылды қосады (5.6-т қара), ерітіндін сүмен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізеді және әбден араастырады.

5.9 Негізгі ерітінді, $\rho = 1000$ мг/дм³.

Металдар мен металл түздарынан негізгі ерітіндін дайындауга арналған процедуралер А қосымшасында сипатталған. Негізгі ерітінділер

КР СТ 2214-2012

шамамен бір жыл орнықты болады, немесе өндіруші ұсынымына сәйкес болады.

5.10 Стандартты ерітінді, $\rho=10 \text{ мг/дм}^3$.

Тамшуырмен 1000 мкл негізгі ерітіндіні (5.9-т қара) сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға қюо, 0,5 см^3 шоғырланған азот қышқылын (5.2-т қара) косу және ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізіп әбден араластыру керек.

Осы ерітінді 6 ай сақтала алады.

5.11 Стандартты ерітінді, $\rho=1 \text{ мг/дм}^3$.

Тамшуырмен 100 мкл негізгі ерітіндіні (5.9-т қара) сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға қюо, 0,5 см^3 шоғырланған азот қышқылын (5.2-т қара) косу және ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізіп әбден араластыру керек.

Осы ерітінді 6 ай сақтала алады.

5.12 Стандартты ерітінді, $\rho=100 \text{ мкг/дм}^3$.

Тамшуырмен 1000 мкл негізгі ерітіндіні (5.9-т қара) сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыға қюо, 0,5 см^3 шоғырланған азот қышқылын (5.2-т қара) косу және ерітіндіні сумен (5.1-т қара) белгіге дейін жеткізіп әбден араластыру керек.

Осы ерітінді бір ай сақтала алады.

5.13 Градусты ерітінділер.

Градусталған ерітінділерін 5.10 және 5.12-т бойынша стандартты ерітінділерден дайындау.

Мына процедура мысал ретінде пайдалана алады.

2 мкг/дм^3 ; 4 мкг/дм^3 ; 6 мкг/дм^3 ; 8 мкг/дм^3 және 10 мкг/дм^3 аналит-заттектен тұратын 1 мг/дм^3 стандартты ерітіндіні (5.11-т қара) 200 мкл, 400 мкл, 600 мкл, 800 мкл және 1000 мкл сәйкес тамшуырлармен сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құтыларға ауыстыру керек. Осындай сандағы қышқылды үлгілерде көрсетілгендей градуирлеу ерітінділеріне қосу керек. Қажет жағдайда өлшемді құтылардағы ерітінділерді сумен (5.1-т қара) белгіге дейін араластырып сұту керек. Құтыда алынған ерітінділерді араластыру керек.

1 мг/дм^3 тәмен градуирлеу ерітінділері бір айдан артық, ал 100 мкг/дм^3 тәмендері – бір күннен артық пайдаланбауы керек.

5.14 Бос ерітінділер.

Бос градуирлеу ерітінділерін стандартты ерітіндіні қоспай градуирлеу ерітінділеріне ұқсас дайындауды. Сиымдылығы 100 см^3 өлшемді құты пайдаланады. Үлгілерде көрсетілгендей градуирлеу ерітінділеріне сондай қышқыл санын қосу керек. Қажет жағдайда салқыннату және сумен араластыру (5.1-т қара) керек.

5.15 Палладий нитраты/магний нитратының турлендіргіші.

(10 г/дм^3) шоғырланған $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ерітіндісі. Термотұрақты стаканға 1,00 г үнтақ тәрізді палладийді салады, 5 см^3 шоғырланған азот қышқылын

қосады және метал толық ерігенге дейін орамы жасыбық электр плиткада қызырыады. Салқындатқаннан кейін ерітіндің сывымдылығы 100 см³ өлшемді құтыға сүзеді және сүзгіні 0,3 моль/дм³ шоғырланған азот қышқылының ерітіндісінің бірнеше болігімен шаяды және белгіге дейін ерітінді көлемін жеткізеді.

0,259 г Mg(NO₃)₂ × 6H₂O 100 см³ суда ерітеді (5.1-т кара). Палладий нитратының ерітіндісін магний нитратының ерітіндісімен араластыру керек. 10 мкл(μl) араласқан ерітіндіде 15 мкг(μg) Pd и 10 мкг(μg) Mg (NO₃)₂ болады.

Ерітіндін ай сайын дайындал тұру керек.

Металл палладий, ұнтақ (99,94 %) ГОСТ 14836 бойыниша.

б сулы магний нитраты ГОСТ 11088 бойыниша, т.у.т.

5.16 Магний нитратын түрлендіргіш.

0,865 г Mg(NO₃)₂ × 6H₂O 100 см³ суда еріту керек (5.1-т кара). 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 50 мкг(μg) Mg(NO₃)₂ болады.

5.17 Бастапқы қышқыл фосфор қышқылды аммоний түрлендіргіш

2 г NH₄H₂PO₄ 100 см³ суда еріту керек (5.1-т кара). 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 200 мкг(μg) NH₄H₂PO₄ болады.

Қышқыл фосфор қышқылды аммоний ГОСТ 3771 бойыниша.

5.18 Бастапқы қышқыл фосфор қышқылды аммоний/магний нитратының түрлендіргіштері

2 г NH₄H₂PO₄ және 0,173 г Mg(NO₃)₂ × 6H₂O 100 см³ суда (5.1-т кара) еріту керек. 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 200 мкг(μg) NH₄H₂PO₄ және 10 мкг(μg) Mg(NO₃)₂ болады.

5.19 Никель түрлендіргіш.

0,200 г никель ұнтағын 1 см³ шоғырланған азот қышқылында еріту (5.2-т кара) және 100 см³ су (5.1-т кара) араластыру керек. 10 мкл(μl) осы ерітіндіде 20 мкг(μg) Ni(NO₃)₂ болады.

Никель ГОСТ 19241 бойыниша.

5.20 Тазартуыш және қорғаныс газ, Аргон (Ar) ($\geq 99,99 \%$)

Тазалығы жосары газ тектес аргон ГОСТ 10157 бойыниша.

6 Өлшеу құралдары мен қосымша жабдық

Термотөзімді стакан ГОСТ 25336 бойыниша.

Өлшемді құтылар ГОСТ 1770 бойыниша.

Тамишуылар ГОСТ 29228 бойыниша.

Жалпы арналаған, дәлдігі 2 сыныпты ГОСТ 24104 бойыниша, өлшеудің улken шегі 200 г зертханалық таразылар.

Кептіру шкафы (қыздырудың реттелетін температурасы 250 ° С дейін).

ГОСТ 8.135 бойыниша элементтердің су ерітінділері құрамының мемлекеттік стандарты ерітінділер (бұдан әрі МСЕ).

КР СТ 2214-2012

ЕСКЕРТПЕ жеке элементтердің су ерітінділері құрамының МСЕ орнына элементтердің су ерітінділері құрамының көп құрамды МСЕ пайдалану рұқсат етіледі. Мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінде қажетті МСЕ болмауы жағдайда элементтердің аттестаттаған қоспаларын пайдалану рұқсат етіледі.

Орамы жабық электр плитка ГОСТ 14919 бойынша.

ГОСТ 28165 бойынша бір сатылы және екі сатылы аквадистиллятар.

Жалпы тазартудың әдеттегі процедурасы шыны мен пластмасса үшін қажет болып табылады:

- колданар алдында жабдықты бір күнге азот қышқылына, $c \approx 1$ моль/дм³ (5.4-т қара), не хлор сутекті қышқылға, $c \approx 1$ моль/дм³ (см. 5.8) батыру керек;

- сумен үш рет шаяды (5.1-т қара).

Жабдықты қышқылға батырғанға дейін полiamидтен (мысалы синамаларды ірітеуге арналған жабдықта бұрандалар мен сомындар) тұратын жабдық белгін шешіп алады.

Металдардың жоғары шоғырына ие үлгілер үшін бір рет пайдаланылған жабдық келесі элемент үлгілері үшін келешекте пайдаланбау үшін қажетті сақтық шараларын қабылдау керек.

6.1 Су үлгілеріне арналған контейнерлер полипропилен, полиэтилен немесе фторланған этилен-пропиленнен (ФЭП) жасалған шишалардан тұрады.

Шөлмектер мен тостактарға арналған материал қандай да бір аналит-заттектерді сілтілемеуі керек. Шөлмектер мен тостактар түссіз материалдан дайындалуы керек.

Шеткі келесі тендеулерде шоғырлануды анықтау үшін ($< 0,1$ мкг/дм³) теменде сипатталғандай тазарту процедурасын дәл сақтауы керек:

а) жана шөлмектерді ацетонмен майдың мүмкін қалдықтарын жою үшін шаю керек. Олай болмайтын жағдайда тиісті заарсыздандыратын құралдар пайдалануы керек;

б) бірнеше рет сумен шаяды (5.1-т қараныз);

с) бір аптаға хлор сутекті қышқылға салып қою, $c \approx 6$ моль/дм³ (5.7-т қараныз), не 24 сағатқа 45 °C - 50 °C температурасы жағдайында ұстau керек;

д) бірнеше рет сумен шаю (5.1-т қараныз);

е) бір аптаға азот қышқылына батыру, $c \approx 7$ моль/дм³ (см. 5.3), не 24 сағатқа 45 °C - 50 °C температурасы жағдайында ұстau;

ф) бірнеше рет сумен (5.1-т қараныз) шаю және зертханалық тазартуга көшу;

г) шөлмектерді пайдаланылатын матрицаға дайындау үшін бір аптаға азот қышқылына батырып қою, $c \approx 0,1$ моль/дм³ (5.5-т қараныз);

х) бірнеше рет сумен шаю (5.1-т қараныз);

и) егер кептіру қажет болса, тазартылған ауамен кептіру (бокс);

ж) тазартылған шөлмектерді пластик пакеттерге сақтау.

Егер с) және е) кезеңдерін пайдалану қажеттігі жоқ деп көрсетілсе, онда қышқылдардың біреуін алғып тастауға болады. Бұл жағдайда хлор сутекті қышқыл полиэтилен және полипропилен үшін барынша тиімді болады, ал азот қышқылы ФЭП және шыны ыдыстары үшін пайдаланғаны жақсы болады.

6.2 Шөгінді қалдықтары үлгілеріне арналған контейнерлер пластмасса немесе шыныдан жасалған кең мойынды контейнерлерден тұрады.

Контейнерлерді тазарту үшін қышқыл пайдалану міндетті емес, заарсыздандыратын құрал қосып сүмен шаю және ионсыздандырылған сүмен шайған жеткілікті (5.1-т қараныз).

6.3 Металл бөлшектерсіз шыны немесе пластмассадан жасалған сүзгіш жабдық, 6-бөлімге сәйкес жалпы тазарту процедурасында көрсетілгендей тазартылған.

6.4 Атаулы саңылаулар радиусы сәйкес $0,45\text{мм}$ және $0,4\text{мм}$ жарғакты сүзгіштер немесе қылтұтқіті сүзгіштер.

Материал аналит-заттек бөлмеуі немесе сіңірмеуі керек. Сүзгіні азот қышқылында тазарту, $c \approx 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (5.5-т қараныз), және бірнеше рет сүмен шаю керек (5.1-т қараныз).

6.5 Шөгінді қалдықтарын ұсақ ұнтақтауға арналған агат келі, ГОСТ 12801.

6.6 Тамшуырлар, сыйымдылығы $100 \text{ мкл}(\mu\text{l})$ - $1000 \text{ мкл}(\mu\text{l})$ ГОСТ 29228 бойынша.

Егер микро мөлшерлегіштер қандай да бір аналит заттектерден тұрмайтын немесе ерітіндіге бөлмейтін түссіз пластмассадан дайындалғаны жақсы. Тамшуырлар үлгілерді ластамауын тексеру қажет. Пайдаланар алдында тамшуырларды ерітіндімен шаю керек.

Шоғырланудың анықталатын деңгейіне қарай жаңа және қайтадан пайдаланылатын тамшуырлар араласқан қышқылмен тазартыла алады. Мысалы азот қышқылымен тазарту, $c \approx 1 \text{ моль/дм}^3$ (см. 5.4), және сүмен (5.1-т қараныз) шаю.

6.7 Графит пешпен жабдықталған атомды-абсорбциялық спектрометр, фонды түзету жүйесімен және салыстырмалы қателігі 1 % артық емес күйс катодты қажетті шамдармен жарақталған,

Балама ретінде электродсыз разрядты шамдар пайдалана алады.

Желдеткіштің сору жүйесін өндірістік үймарат ауасының зиянды түтін және булярмен ластануын болдырмау үшін пеш үстінде орналастыру керек.

6.8 Автомат сынама іріктеңіш анықтау дәлдігі үшін пайдаланыла алады.

Шоғырланудың анықталатын деңгейлеріне қарай сынама іріктеңіштің жаңа тостақтарын араластырылған қышқылмен тазартуға болады. Қайта пайдаланылатын тостақтарды үнемі қышқылмен шаю керек. Мысалы ыдыстарды азот қышқылымен тазартады, $c \approx 1 \text{ моль/дм}^3$ (5.4-т қара), және сүмен шаяды (5.1-т қара). Егер олар ультра шағын сандарды табу үшін

КР СТ 2214-2012

пайдаланылатын болса ($<0,1 \text{ мкг}/\text{дм}^3$), онда талданатын үлгілердегіге ұқсас сондай түрдегі және сондай шоғырдағы қышқылмен оларды толтыру арқылы ерекше тазартудың қажетті кезеңі қажет болуы мүмкін. Кем дегенде 2 сағат тұндырып қою керек. Үйдисты бірнеше рет сумен шаяжды (5.1-т қара).

6.9 Графит құбырлар жоғары және орта ұшпалы элементтер үшін қажетті платформалармен пиролиттік жабылған, олар арасында төмен ұшпалы элементтер қабыргадан тозандатыла алады.

Қанағаттанарлық нәтижелерге қол жеткізілгені жағдайда әрі қарай графит түтіктер мен платформаларды пайдалануға қатысты өндіруші ұсынымдарын колдану керек.

I-ЕСКЕРТПЕ Корсетілгеннен төмен емес техникалық және метрологиялық сипаттамаларымен олиеу құралдары, жабдықтар мен реактивтердің басқа түрлерін қолдану рұқсат етілеоді.

Мемлекеттік метрологиялық бағылауды жүзеге асыру саласында қолданылатын олиеу құралдары республикада қазақстан Республикасының олием бірлігін қамтамасыз ету саласында заңнамасына сәйкес қолдануға рұқсат етілуі керек.

7 Су сынамаларын іріктеу және алдын ала өндіреу

7.1 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу КР СТ РК ИСО 5667-1, КР СТ РК ИСО 5667-6, ISO 5667-3, ISO 5667-4, ISO 5667-5, ISO 5667-10, ISO 5667-11 и ISO 5667-15 сәйкес жүргізілуі керек.

Су сынамаларын іріктеуге арналған жабдық үлгі металдан жасалған бүйімдармен жана спайтын үлгіде дайындалуы керек. Ол үлгіге аналит-заттарды бөлмейтін пластмассадан жасалуы және араластырылған хлорлы-сүтекті қышқылда тазарту үшін жарамды болуы керек.

7.2 Су сынамаларын алдын ала өндіреу

7.2.1 Жалпы ережелер

Үлгілерді, әсіресе элементтерінің шоғырлануы төмен үлгілерді алдын ала өндіреу және талдау «таза зертханалық» жағдайда жүргізілуі керек. «Таза зертханалық» әдіс зертхананың үлгілер түрлі көздерден туындастын ластанилардан тұрақты корғалуы үшін тазартылған ауамен қамтамасыз етілген болуы керек. Біркатор жағдайда әлсіз артық қысым астында сүзілген ламинарлық ағынмен «таза бокстар» тиісті нұсқа ретінде пайдалана алады.

Су сынамаларында із элементтері бір немесе бірнеше мына тәсілдермен талдауға түсіріледі:

а) қышқыл қосу арқылы сакталатын (сүзілмеген). Үлгіні азот қышқылын қосу жолымен сактайты. Бөлшектер тұнбада талдау жүргізуі бастағанға дейін қатысуы керек.

б) сүзілген (ерітілген). Үлгіні жарғақ немесе қылтұтқіті сүзгі арқылы сүзеді және сүзілген ерітіндін азот қышқылының қосу арқылы консервілеу керек;

в) қышқылмен өндеу. Сақталған үлгіні азот қышқылымен немесе таза аракпен өндеу керек.

Талдау жүргізгенге дейін судың сақталған сынамаларын ISO 5667-3 сәйкес $1^{\circ}\text{C} - 5^{\circ}\text{C}$ дейінгі температура жағдайында сақтайды.

7.2.2 Сұзу

Үлгілерді сұзу, егер талдауга ізге ие шагын элементтердің ерітілген формалары түсірілсе, қажетті болып табылады. Сынамаларды іріктелгеннен кейін және сақтағанға дейін тікелей үлгіні сұзу керек. Онда үлгі металл бөлшектермен жанаса алатын жабдықты қолдану рұқсат етілмейді. Қысым астында сұзуде ластану қаупін азайту үшін қалаулысы вакуумды сұзу болып табылады.

Кем дегенде бақылау үлгінің бір ерітіндісі суды (5.1-т қара) ұқсас тұлғілерге ұқсас тәсілмен сұзу арқылы (және сақтау) дайындау керек.

7.2.3 Су сынамасын консервациялау

Су сынамасын консервациялау ISO 5667-3 сәйкес. Үлгілерден pH < 2 алу үшін 100 см³ үлгіге 0,5 см³ шоғырланған азот қышқылының қосының (5.2-т қара). Сілтіліктің жогары деңгейіне ие су сынамасын сактау үшін қышқылдың үлкен санын қосу қажет болуы мүмкін. Үлгіге жүту әсері арқылы элементтердің жоғалуын болдырмау үшін қышқыл жеткілікті қосынды маңызды. Қосылған қышқыл санын белгіленіз.

Ластану қаупін болдырмау үшін таза атмосферада зертханада үлгілерді сақтаған дұрыс. Бос бақылау реактивтерінің ерітінділері үшін суды (5.1-т қара) ұқсас үлгілерге орай тәсілмен сактанды.

7.2.4 Су сынамаларын талдау

Таза арақ пен азот қышқылының қолданып су сынамасын талдау әдістері ISO 15587-1 және ISO 155-87-2 сәйкес көрсетілген. Хлорлы қосылыс графитті пеш әдісінде катты бөгөуілдер тудыруы мүмкін болатындықтан, азот қышқылының қолданып суды талдау ұсынылады. Кейбір элементтер үшін (мысалы осы стандартта Sb) азот қышқылы келмейді және таза арақ пайдалануы керек азот және тұз қышқылының қоспасы).

Кем дегенде бос сынаманың бір ерітіндісін (5.1-т қара) ұқсас үлгілерге орай тәсілмен дайындаңыз. Ідіратуға талдауды жүргізуі бастағанға дейін өлшемді құтыда сынаманы деңгейге дейін сумен (5.1-т қара) көлемді жеткізу керек.

7.3 Тұнба үйінділерінің сынамаларын алдын ала өндеу

7.3.1 Тұнба үйінділестінің үлгілерін сақтау

Тұнба үйінділерінің сынамалар үлгілері іріктелгеннен кейін дайындаушы ыдыссында (6.2-т қара) тоңазытқышта сақталуы, қажет жағдайда әрі қарай өндеу үшін мұздатылуы керек (ISO 5667-15-т қара).

Егер талдау құрғақ үлгіде жүргізілсе, үлгіні айдаумен, немесе басқа жағдайда оны 24 сағат бойына 105 °C температурасы жағдайда кептіріп алған дұрыс.

Кептірілген үлгіні агат келіде (6.5-т қара) үтітіп, қажет жағдайда қойылтып елеу керек.

Кептірілген үйінділер су жұтады және сактау кезінде ылғал сіңіретін болады. Айдаумен кептірілген үлгілерде бірнеше пайыз су болады. Су болуын өлшендіні ыдырату және талдау жүргізуі бастағанға дейін 105 °C температурасы жағдайда кептіру жолымен бақылау керек.

7.3.2 Тұнба үйінділерінің үлгілерін ыдырату В қосымшасына сәйкес.

8 Химиялық түрлендіргіштер

Химиялық түрлендіргіштер үлгіде спектралдық және спектралдық емес бөгеуілдерді болдырмау үшін пайдаланылады (матрицалық әсер).

Аналит-заттар көмегімен немесе оны қоспай және градусталу қоспасымен аналит-заттарды қалпына келтіру деңгейін салыстыру арқылы үлгіні өлшеу арқылы спектралдық емес бөгеуілдер болуын анықтауға болды. Түрлендіргішпен жұмыс тиімділігіне көз жеткізу үшін осындай процедура таңдалған химиялық түрлендіргішті қосу арқылы қайталаңады.

Жалпы қалыпта химиялық түрлендіру мақсаты тозандату кезеңін бастағанға дейін ластаушылар салмағын жою мақсатында пиролиздеудің жоғары температурасына жеткізу мүмкіндігі болып табылады. Pd және Mg(NO₃)₂ киылсызы көптеген элементтер үшін пайдаланатын әмбебап түрлендіргіш болып саналады. Pd реактив-қалпына келтіргішпен қиылсызы, мысалы аскорбин қышқылымен қиылсызу жиі Pd/Mg(NO₃)₂ орнына пайдалылады. Фондық жүту әдетте Mg(NO₃)₂-мен жоғары болады. Сондай-ақ өзге түрлендіргіштер пайдаланылады. Олардың кейбіреулері (мысалы никель қосылсызы) жарамсыз болуы мүмкін, себебі орнату жабдығында жиі катысадын және пеш ластануын тудыра алатын элементтерден тұрады. 2-кестеде халықаралық стандарттарда элементтер үшін химиялық түрліндіргіштер бойынша кейбір ұсыныстар берілген. Егер олар дұрыс нәтижелер көрсетсе, өзге химиялық түрлендіргіштер пайдалана алады.

Егер химиялық түрлендіргіштер пайдаланылса, оларды сынама үлгілеріне, бос бақылау реактивтердің ерітінділеріне, бос сынамалар ерітінділеріне, калибрлеу ерітінділеріне және бос калибрлеу ерітінділеріне қосу қажет болады. 2-кесте бойынша ұсынылатын мөлшерлеуге жету үшін 10 мкл(μl) түрлендіргіш ерітіндісін қосу керек болады. Түрлендіргіш ерітіндісін үлгі енгізілгеннен кейін автомат сынама іріктеғіштің тозандатқышына тікелей бұркіген дұрыс болады.

2-кесте - Ұсынылатын химиялық түрлөндіргіштер

Элемент	Химиялық түрлөндіргіштер (5.15 - 5.19 дейін)	Шама, мкг ^a
Ag	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе NH ₄ H ₂ PO ₄	15 + 10 200
Al	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 50
As	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе Ni (нитрат ретінде)	15 + 10 20
Cd	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе NH ₄ H ₂ PO 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 немесе Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 50
Mo	Түрлөндіргіш талап етілмейді	-
Ni	Mg(NO ₃) ₂	50
Pb	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе NH ₄ H ₂ PO ₄ + Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 200 + 10
Sb	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе Ni (нитрат ретінде)	15 + 10 20
Se	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе Ni (нитрат ретінде)	15 + 10 20
Tl	Pd + Mg(NO ₃) ₂	15 + 10
V	Түрлөндіргіш талап етілмейді	-
Zn	Pd + Mg(NO ₃) ₂ немесе Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 6

^a шамалар ұсынылатын болып табылады. Кейбір тозандатқыштарда елеулі аз сан талап етіледі. Сондай-ақ күрал өндірушілерден ұсынымдарды карау керек.

9 Графитті пеш жұмысының бағдарламаларын құру

Графитті пеш бағдарламасын құру С косымшасында келтірілген.

Графитті пешке арналған температуралық бағдарлама әдетте өзіне төрт кезеңді қамтиды:

- а) кептіру;
- б) күйдіру (құрғак айдау);
- с) тозандату;
- д) тазарту.

Басында өндірушімен ұсынылған пештерді пайдалану кезінде сынаулар температурасы мен кезеңділігін пайдаланған дұрыс. Тозандату кезеңінде аргон берілуін тоқтату керек.

Фон түзетуді үнемі пайдалану керек.

Толқынның айнымалы ұзындықтары пайдалана алады (түрлі сезімталдықпен). Мысалы жүктеу үшін 283,3 нм қарағанда екі есе

КР СТ 2214-2012

сезімталдық артық болатын жағдайда 217,00 нм толқын ұзындығы пайдалана алады. Алайда шу бөгеуілдер тәуекелінен артық және күшті болады. Жоғары шоғырлану жағдайында сезімталдықтың барынша төмен толқын ұзындығы пайдалана алады, мысалы Zn үшін 307,6 нм және Fe үшін 271,9 нм немесе 305,9 нм.

Бағалау үшін біріктірілген жұтулық ұсынылады (шың аланы).

10 Ерітінділерді градуирлеу

10.1 Стандартты градуирлеу әдісі

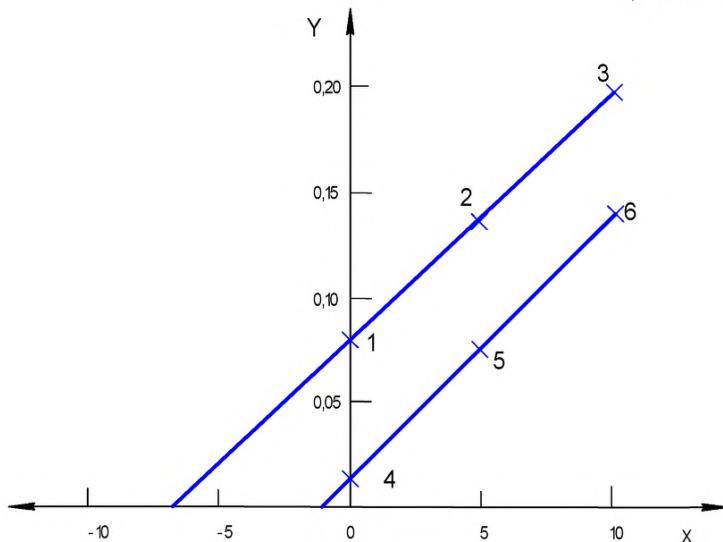
Градуирлеуді жүргізуі нөлдік градуирленген ерітіндіден (5.14-т қара) және шоғырланудың тиісті аralығы үшін 3-тен 5-ке дейін тең қашықтықта градусталған ерітінділерден (5.13-т қара) бастау керек. Градуирлеу қисығының тіктігі жиі шектеулі екенін атап кету керек.

Градуирлеу ерітіндісінің жұтатын қасиетінің мәндері нөлдік градуирлеу ерітіндісінен жұтатын қасиет мәнін есептеу жолымен түзетіледі. Графикке градуирлеу қисығын салу үшін, статистикалық сипаттаманы есептеу үшін градуирлеу ерітіндісінің аналит-заттектерінің шоғырымен бірге қорытынды мәндер пайдаланылады.

10.2 Стандартты қосу әдісі

Химиялық турлендіру пайдаланылмайтын немесе матрица әсері жойылмайтын жағдайда спектралды емес бөгеуілдердің әсерін азайту үшін градуирлеу қисығы жұтудың пайдаланылатын ауқымында сзызықка созылғаны жағдайда қосудың стандартты әдісі қолданыла алады. Қосудың стандартты әдісі тән емес фондық жұту сияқты спектралды бөгеуілдерді түзету үшін пайдаланыла алмайды және егер бөгеуілдер белгіні үш мәннен артыққа өзгертсе, пайдаланылмауы керек.

Ұқсас үлгілердің бірдей көлемдерін дайындау үш ыдыста жүргізіледі (мысалы автомат сынама ірітегіштің тостақтары). Екі ыдыска бастапқы үлгіден болжанатыннан 100% және 200% жоғары болатын жұтудың тиісті мәндерін алу үшін екі ыдыска стандартты ерітіндінің шағын саны қосылады. Үшінші ыдыска судың (5.1-т қара) тең саны қосылады. Ерітінділерді әбден араластыру керек. Біріктірілген жұтылулық 1-суретте келтірілгендей ордината бойынша өлшенеді. Осы үлгімен бос бакылау реактиві ерітіндісінде, не бос ерітінді ерітіндісінде аналит-заттек шоғыры анықталады. 1-суретте байқау үлгісінде аналит заттек шоғыры $6,67 \text{ мкг/дм}^3$ тең, ал бос сынама ерітіндісінде $0,36 \text{ мкг/дм}^3$ тең.



X - ұлғайту (мкг/дм³);

Y- біріктірілген жұтымдылық;

1 – байқау үлгісінің ерітіндісі;

2 - байқау үлгісінің ерітіндісі+ 5 мкг/дм³;

3 - байқау үлгісінің ерітіндісі+ 10 мкг/дм³;

4 – бақылау сынамасының ерітіндісі;

5 - бақылау сынамасының ерітіндісі+ 5 мкг/дм³;

6 - бақылау сынамасының ерітіндісі+ 10 мкг/дм³.

1-сурет – Калибрлеу қызметін стандартты ұлғайту мысалы

11 Есептеулер

11.1 Сұға арналған нәтижелер

Байқау үлгісінің ерітіндісінде, бос бақылау реактивінің ерітіндісінде және бақылау сынамасының ерітіндісінде аналит-заттектің шоғырлану мәндерін градиурлеу кисығының шоғырлану мәнінен есептеу немесе градиурлеу қызметінен есептеу керек. Байқау үлгісінің ерітіндісінде аналит-заттектің шоғырын түзету бос бақылау реактивінде ерітіндіде немесе бақылау сынамасының ерітіндісінде аналит-заттектің шоғырын есептеу жолымен жүргізіледі.

Қажет жағдайда ерітіндін араластыру кезеңінде түзету жүргізіледі.

Нәтижелер куб дециметрге микрограммда (мкг/дм³) жазылады. Айыратын белгілері жоқ байқау үлгілері үшін «байқау шегі» сияқты нәтиже келтіріледі.

11.2 Түптегі шөгінділерге арналған нәтижелер

Байқау үлгісінің ерітіндісінде және градиурлеу кисығынан бақылау сынаамасының ерітіндісінде аналит-заттек шоғырлану міндерін шегеру немесе градиурлеу қызметінің шоғырлану мәнінен есептеу керек. Аналит-заттектер шоғырлануын түзету байқау үлгісінің ерітіндісінде бақылау сынаамасының ерітіндісінде аналит-заттек шоғырлануын есептеу жолымен жүргізіледі.

Байқау үлгілерінің аналит-заттектерінің болуы келесі 1-формула бойынша құрғақ материалда сынаулар жүргізу кезінде есептеледі:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{drs}), \quad (1)$$

2-формула бойынша ылғал үлгі негізінде сынаулар жүргізу кезінде есептеледі:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{ws}w_{dm,ws}) \times 100, \quad (2)$$

мұнда $W_{s,dm}$ – құрғақ заттың килограммға миллиграммда (мг/кг) көрсетілген үлгіде аналит-заттектер болуы;

ρ_{digs} – өндөлген үлгінің, бақылау сынаамасы ерітіндісі үшін түзетілген куб дециметрге микрограммда (мкг/дм³) көрсетілген аналит-заттек шоғыры;

V_{digs} – бұл арапастырганнан кейін өндөлген үлгінің куб сантиметрінде көрсетілген көлем;

m_{drs} – бұл құрғақ үлгінің миллиграммында көрсетілген салмақ;

m_{ws} – бұл ылғал үлгінің миллиграммында көрсетілген салмақ;

$w_{dm,ws}$ – пайыздық қалыпта көрсетілген ылғал үлгіде құрғақ заттың болуы.

Түптегі шөгінділерге арналған нәтижелер килограммға миллиграммда жазылады (мг/кг). Олар үшін байқалатын белгі жоқ байқау үлгілері үшін «байқау шегі» сияқты нәтижелер жазылады.

12 Анықтау дәлдігі

Зертханааралық сынаулар 2002 жылы көрсетілді, олар өздеріне табиғи су, сарқынды су, буландырылған түптегі қалдықтар мен кептіріліп койылтылған көлдін тұнба шөгінділерінің үлгілерін қамтыды. Барлық үлгілер екі данада жөнелтіліп талданды. Fe, Mn және Al арналған нәтижелер түптегі үйінділер сынаамалары үшін айтылмайды, себебі онда шоғырлар әдіс үшін онтайлы жұмыс ауқымының шегінен тыс жатты және аз зертханалар нәтижелерін хабарлады. Сарқынды суларда темір мен сүрме және буландырылған түптегі шөгінділер үш зертханамен аныкталды. Осы үлгімен толық статистикалық бағалау мүмкін болмайды (3-кестені кара).

**3-кесте – 2002 жылғы наурызда халықаралық зертханалық
салыстыруларға негізделген әдістің жұмыс сипаттамалары**

Талдана-тын элемент	Ұлғі	n	o	X _{шының мкг/дм³}	X мкг/дм ³	Қалпын а келтіру, %	Қайтала-ну, түрле-ну коэффициенті, %	Өндірілу, түрлену коэффициенті, %
Ag	SL	9		0,8	1,00	126	8,2	53,1
	SH	9		7,2	8,13	113	3,6	22,9
	FWL	5	1		0,774		8,2	56,9
	FWH	9			5,92		5,0	33,0
	WW	7	1		3,43		8,8	32,0
	Dig	9			1,00		14,0	69,0
	Sed	4	1		0,172 ^a		6,5	27,1
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			170		6,6	46,2
	FWH	11			193		5,4	44,0
	WW	4	2		147		3,9	40,3
As	SL	7	2	9	9,00	100	2,8	14,1
	SH	9	2	81	77,5	96	2,7	10,5
	FWL	9			8,74		7,4	25,2
	FWH	1			68,6		3,6	17,8
	WW	4	1		11,6		4,0	35,9
	Dig	8	1		74,4		4,2	26,9
	Sed	7	1		16,3 ^a		3,8	26,2
Cd	SL	3	1	0,3	0,303	101	3,5	17,0
	SH	4	2	2,7	2,81	104	1,9	10,7
	FWL	1	2		0,572		2,9	14,9
	FWH	1	3		3,07		2,1	10,4
	WW	7	2		1,00		3,1	27,5
	Dig	9	2		48,7		2,2	14,8
	Sed	7	3		9,53 ^a		3,5	17,0
Co	SL	3		5,5	5,71	104	3,1	8,5
	SH	2	2	49,5	50,6	102	1,0	7,9
	FWL	3			4,23		9,0	14,8
	FWH	3	1		40,5		2,6	10,6
	WW	0			11,6		7,0	32,9
	Dig	1			337		1,6	12,2
	Sed	0			68,0 ^a		1,8	15,4
Cr	SL	1	3	1,9	1,91	101	7,5	12,4
	SH	4	1	17,1	17,5	102	2,0	7,9
	FWL	3	1		1,95		7,7	24,7
	FWH	3	2		14,0		2,0	7,3
	WW	7	4		3,91		4,2	40,5
	Dig	9			246		3,7	8,7
	Sed	8	3		51,3 ^a		1,3	21,7

3-кесте (жалғасы)

Талданатын элемент	Үлгі	n	o	X _{шынайы} МКГ/ дм ³	X МКГ/ дм ³	Қалпына келтіру, %	Қайтала- ну, түрле- ну коэффициен- нті, %	Өндірілу, түрлену коэффициен- ті, %
Cu	SL	8	1	2,5	2,60	104	8,1	13,2
	SH	9	1	22,5	23,0	102	3,8	5,6
	FWL	9			2,37		6,4	15,4
	FWH	0	1		29,8		2,3	7,2
	WW	1	1		5,08		10,0	30,3
	Dig	0	2		216		2,1	9,0
	12	1			43,9 ^a		4,0	18,1
Fe	SL	5	1	3	4,43	148	9,0	33,0
	SH	7		27	27,0	100	3,4	13,8
	FWL	7			98,3		2,4	9,9
	FWH	6			116		1,6	11,2
Mn	SL	8		1,5	1,71	114	4,4	30,0
	SH	0		13,5	14,5	108	2,0	15,3
	FWL	8	1		5,47		2,7	22,5
	FWH	0			17,7		3,2	14,6
	WW	5			100		4,3	13,8
Mo	SL	6		4,5	5,69	126	4,6	23,8
	SH	7		40,5	44,3	109	2,8	14,0
	FWL	4			5,76		11,5	13,7
	FWH	6			29,4		3,9	12,7
	WW	5			10,8		5,6	60,2
	Dig	6			12,0		9,5	88,4
Ni	Sed	4			2,84 ^a		2,6	73,7
	SL	0		6	5,92	99	3,5	15,0
	SH	0		54	53,6	99	2,0	8,8
	FWL	7	1		3,11		11,7	24,0
	FWH	9			33,2		2,5	9,1
	WW	5	1		11,4		4,1	27,5
	Dig	4	2		294		2,4	6,8
Pb	Sed	2	3		58,9 ^a		1,6	7,6
	SL	0	2	5	5,07	101	3,1	12,8
	SH	4	3	45	46,5	103	1,8	8,8
	FWL	2			7,76		8,5	17,2
	FWH	3	1		68,2		2,8	15,0
Pb	WW	5	2		14,6		5,5	36,9
	Dig	9			541		3,1	14,7
	Sed	9	1		104 ^a		3,4	14,5
Sb	SL	5		8	7,39	92	3,3	17,9
	SH	7		72	66,9	93	3,4	13,8
	FWL	5			5,78		4,9	21,2
	FWH	7			52,7		3,1	6,6

3-кесте (жалғасы)

Талданатын элемент	Үлгі	n	o	X _{шынайы} МКГ/ дм ³	X МКГ/ дм ³	Қалпына келтіру, %	Қайтала- ну, түрле- ну коэффицие- нті, %	Өндірілу, түрлену коэффициен- ті, %
Se	SL	0		12	11,9	99	5,7	23,0
	SH	1		108	109	101	3,7	21,9
	FWL	0	1		10,2		5,9	13,4
	FWH	1			85,2		2,9	20,8
	WW	8			16,0		9,8	25,6
	Dig	4	1		4,94		7,7	39,5
	Sed	3	1		0,887 ^a		0,7	21,7
Tl	SH	5	-	36	37,0	103	6,6	19,9
	FWL	3			4,20		3,4	40,6
	FWH	5			27,7		3,0	40,7
	Sed	3			0,928 ^a		6,3	34,2
V	SL	5		15	15,1	101	1,2	15,9
	SH	5		135	138	102	1,4	12,4
	FWL	3			12,3		8,4	11,1
	FWH	5			83,8		2,3	13,1
	WW	3			50,0		1,1	56,4
	Dig	5			330		1,6	17,3
	Sed	4			63,0 ^a		6,0	19,2
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			5,99		6,5	30,4
	WW	4			120		2,0	7,0
	Dig	3			1373		3,0	25,0
	Sed	4			233 ^a		1,6	23,4

п – бұл ерекшеленген жеке аналитикалық мәндер саны;

о – бұл шығатын мәндер саны;

x_{true} – бұл анықтау бойынша «шынайы» мәні;

x – бұл жалпы орташа сан;

CV – бұл түрлену коэффициенті;

SL – бұл төмен шоғырлану жағдайында синтетикалық ерітінді;

SH – бұл жоғары шоғырлану жағдайында синтетикалық ерітінді;

FWL – бұл төмен шоғырлану жағдайында тұшы су;

FWH - бұл жоғары шоғырлану жағдайында тұшы су;

WW – бұл катысуышылар өндеген сарқынды сулар;

Dig – бұл HNO₃ өндеген тұнба шөгінділер;

Sed – бұл қатысуышылар өндеген тұнба шөгінділер сыйнамалары.

^a Тұнтең үйінділердің құрғақ сыйнамасына арналған мкг/г-да.

13 Сынау нәтижелері

Сынау хаттамасында мынадай ақпарат болуы керек:

а) осы стандарт белгіленуі мен атауы;

КР СТ 2214-2012

- б) үлгілерді сынау әдістері;
- в) үлгіні алдын ала өндөу туралы акпарат (мысалы қышкыл қосуарқылы сакталған (сүзілмеген), сүзілген (ерітілген) немесе қышкылмен өндөлген);
- г) егер 100 см^3 үлгінің $0,5 \text{ см}^3$ артық болса, қышкылды сактау үшін қосылған саны;
- д) ыдырату әдісі туралы акпарат;
- е) су мен шөгінді үлгілері бойынша нәтижелер;
- ж) үлгілерді іріктеу және сынау күндері;
- з) сынаулар өткізу шарттары.
- и) осы сынауларды өткізген ұйым (сынақ зертханасының) атауы.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Негізгі ерітіндіні дайындау, 1000 мг\дм³

A.1 Жалпы ережелер

Барлық химиялық реагенттер (таза металдар, оксидтер, тұздар) ерекше көрсетілген жағдайлардан басқа кезде 105 °C температурасы жағдайда 1 сағат ішінде кептірілуі керек.

Негізгі ерітіндіні дайындауға арналған металлдар мен тиісті металл тұздарының саны А.1-кестесінде көрсетілген.

A.1-кестесі - Негізгі ерітіндіні дайындауға арналған металлдар мен тиісті металл тұздарының саны

Элемент	кұрам	Формула	Салмақ (г)
Ag	Металл	Ag	1,000
Al	Металл	Al	1,000
As	Күшән үш оксиді	As ₂ O ₃	1,320
Cd	Металл ^a	Cd	1,000
Co	Металл ^a	Co	1,000
Cr	Хром үш оксиді	CrO ₃	1,923
Cu	Металл ^b	Cu	1,000
Fe	Металл ^b	Fe	1,000
Mn	Металл	Mn	1,000
Mo	Молибден үш оксиді	MoO ₃	1,500
Ni	Металл	Ni	1,000
Pb	Қорғасын нитраты	Pb(NO ₃) ₂	1,599
Sb	Металл үнтақ	Sb	1,000
Se	Селен үш оксиді	SeO ₂	1,405
Tl	Таллий нитраты	TINO ₃	1,303
V	Металл ^a	V	1,000
Zn	Металл ^a	Zn	1,000

^a (1+9) HNO₃ тазартылған қышқыл

^b (1+1) HCl тазартылған қышқыл

A.2 Негізгі ерітінділер

A.2.1 Құмістің негізгі ерітіндісі (Ag)

Термотұракты стақанға 1,00 г құміс салады, 80 см³ азот қышқылын косады (1:1) және металл толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндін сиындылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стақанды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді. Ерітіндінің күнгірт шыныдан жасалған ыдыста сақтайды немесе ыдысты күн сөулесі түспейтіндей алюминий жүқталтырмен орап қояды.

A.2.2 Алюминийдің негізгі ерітіндісі (Al)

КР СТ 2214-2012

Термотұрақты стаканға 1,00 г алюминий салады, 4 см³ хлор сутекі қышқыл (1:1) мен 1 см³ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісін қосады. Металл толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндін сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стаканды сумен бірнеше рет шаяды, 10 см³ хлор сутекті қышқыл қосады (1:1) және құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.3 Қүшән (As) мен молибденнің (Mo) негізгі ерітінділері

Термотұрақты стакандарға 1,32 г күшән үш оксидін немесе 1,5 г молибден үш оксидінен жасалған қоспаны салады, әр стаканға 100 см³ су мен 10 см³ аммиактың шоғырлы ерітіндісін қосады. Металл оксидтерінің толық ерігеніне дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Күшәннің негізгі ерітіндісінің қышқылдылығын 20 см³ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісін қосып арттырады. Салқындағаннан кейін ерітінділерді сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыларға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стакандарды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінділердің көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.4 Негізгі ерітінділер: қадмий (Cd), кобальт (Co), мыс (Cu), марганец (Mn), ванадий (V) және мырыш (Zn)

Термотұрақты стакандарға А.1-кестесіне сәйкес металл өлшенділерін салады, әр стаканға 50 см³ азот қышқылының (1:1) ерітіндісін қосады. Металл толық ерігеніне дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітінділерді сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыларға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стакандарды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінділердің көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.5 Хромның негізгі ерітіндісі (Cr)

Термотұрақты стаканға 1,923 г хром үш оксидін салады, 120 см³ азот қышқылының қосады (1:5). Ерітіндін сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стаканды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінділердің көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.6 Темірдің негізгі ерітіндісі (Fe)

Термотұрақты стаканға 1,00 г темір салады, 100 см³ хлор сутекті қышқыл ерітіндісін қосады (1:1). Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндін сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стаканды сумен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.7 Никельдің негізгі ерітіндісі (Ni)

Термотұрақты стаканға 1,00 г никель салады, 20 см³ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісі қосады. Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндін сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стаканды су-

мен бірнеше рет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.8 Қорғасынның негізгі ерітіндісі (Pb)

Термотұрақты стаканға 1,599 г қорғасын нитратын салады, 20 см³ азот қышқылының ерітіндісін қосады (1:1). Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стаканды сумен бірнеше реет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.9 Сұрменің негізгі ерітіндісі (Sb)

Термотұрақты стаканға 1,00 г сұрменің металл ұнтағын салады, 20 см³ азот қышқылын (1:1) және 10 см³ шоғырланған хлор сутекті қышқыл қосады. 100 см³ су және 1,50 г шарап қышқылын қосады. Қоспа толық ерігенге дейін орамы жабық электр плиткада қыздырады. Салқындағаннан кейін ерітіндіні сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға ауыстырады, өлшендіні еріту жүргізілген стаканды сумен бірнеше реет шаяды және онымен құтыдағы ерітінді көлемін белгіге дейін жеткізеді.

A.2.10 Селениң негізгі ерітіндісі (Se)

Сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 1,405 г селен диоксидін салады, 200 см³ су қосады, арапастырып қоспаны ерітеді, содан кейін құтыда ерітінді көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді.

A.2.11 Таллийдің негізгі ерітіндісі (Tl)

Сиымдылығы 1 дм³ өлшемді құтыға 1,303 г таллий нитратын салады, 200 см³ су қосады, арапастырып тұзды ерітеді, содан кейін 10 см³ азот қышқылының шоғырланған ерітіндісін қосады, содан кейін құтыда ерітінді көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді.

Негізгі құрамдар жеке дайындалып сақталуы керек, оларды жыл сақтау ұсынылады.

В қосымшасы

(міндетті)

Тұнба үйінділерінің үлгілерін күйдіру

B.1 Реактивтер

B.1.1 Су, 1 класс ISO3696 ($\leq 0,01 \text{ мСм/м}$) көрсетілген.

Суды пайдаланғанға дейін оның сапасын тексеру маңызды.

B.1.2 Азот қышқылы, шоғырланған, $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ моль/дм}^3$,
 $p \approx 1,40 \text{ кг/дм}^3$ (65 %)

B.1.3 Азот қышқылы, $c(\text{HNO}_3) \approx 7 \text{ моль/дм}^3$

Сиындырығы 1 дм^3 өлшемді құтыға 500 см^3 су салады (5.1-т қара) және 490 см^3 шоғырланған азот қышқылын құяды (5.2-т қара), ерітіндін белгіге дейін сумен (5.2-т қара) жеткізеді және әбден араластырады.

B.1.4 Хлор сутекті қышқыл, шоғырланған, $c(\text{HCl}) = 12,1 \text{ моль/дм}^3$, $p \approx 1,19 \text{ кг/дм}^3$ (37 %)

B.1.5 Хлор сутекті қышқыл, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ моль/дм}^3$

Шоғырланған хлор сутекті қышқылдың бір көлемін (B.1.4-т қара) араластырып тұрып судың бір көлеміне қосады (B.1.1-т қара).

B.2 Жабдық

B.2.1 Ферменттеген гидролизге арналған ыдыстар бор силикат шыныдан немесе тең бағалы сапалы шыныдан жасалған түссіз, сыйымдырығы шамамен 100 см^3 және қақпактары бұралатын шөлмектерден тұрады.

Шөлмектер мен бұралатын қақпактар 200 кПа (120° С) қысымға төтеп берулері керек.

B.2.2. 200 кПа (120° С) қысым астында жұмыс істей алатын бу заарарсыздандырығыш.

B.3 Ферментативтік гидролиз

B.3.1 Әдіс негізі

Түптік шөгінді сыналарын өлшеу керек. Азот қышқылын не хлор сутекті (тұз) және азот қышқылын (таза арак) косу керек және жабық ыдыстағы үлгілерді қысым астында өндөніз (120 °C жағдайында). Сүйік кезеңде корытынды анықтау жүргізу керек.

Графитті пеш әдісінде хлорид күшті бөгөуілдер беріп проблема тудыратындықтан азот қышқылымен гидролиз ұсынылады. Кейбір элементтер үшін (мысалы осы стандартта Sb) азот қышқылы жарамсыз болып табылады және таза арак пайдалануы керек.

B.3.2 Азот қышқылымен ферментативті гидролиз

Дәл өлшенген үлгі саны, ең жоқ дегенде 1 г күрғак материал немесе ылғал үлгінің балама санын 20 см^3 азот қышқылын қосып $c \approx 7 \text{ моль/дм}^3$ (B.1.3-т қара) ферментативті гидролиз үшін ыдысқа ауыстыру керек (B.2.1-т қара). Сосын құтыны тығыздап жабу керек және 120 °C (200 кПа)

жағдайында 1 сағат ішінде бумен заарсыздандырыш үшін берілген өндірушінің нұсқаулығын ұстанып қыздыру керек. Салқыннату, ашу және әр ыдыста сорғыш қалпакта санылау жасау керек. 1-ерітіндін сиымдылығы 100 см³ өлшемді құтыға сандық ауыстыру және белгіге дейін сумен араластыру керек (B.1.1-т кара). Барлық ерітілмеген материалдар ерітіндіге батқаннан кейін сынаулар таза сұйыктық кезеңінде жүргізіледі. Кейде гидролиз өнімдерін сұзу немесе үйірткілеу керек болады.

Ферментативті гидролиз, егер қысым астында өндеу кезінде осы тармақшада жоғарыда сипатталған әдістегідей нәтижелер алынса, қысым астында микро толқынды пеште жабық ыдыста жүргізіле алады.

Байқау үлгілеріне ұксас тәсілмен реактивтің бакылау бос сынамасының кем дегенде бір ерітіндісін корытынды көлемді солай араластырып, бірақ нақты үлгіні өткізіп дайындау керек.

B.3 таза арактың ферментативті гидролизі

Үлгінің дәл өлшенген санын, жок дегенде 1 г құрғақ материалды немесе ылғал үлгінің балама санын өндеуге арналған флягаға ауыстыру керек (B.2.1-т кара). 15 см³ хлор сутекті (тұз) қышқылын, с ≈ 6 моль/л (B.1.5-т қараныз), сосын 5 см³ азот қышқылын, с ≈ 7 моль/дм³ (B.1.3-т қараныз) қосады. Көзге көрінетін реакция тоқтағанға дейін үлті міндетті түрде тұндырылуы керек. Гидролизге арналған ылғалды тығыздап жабу және жағдайында 1 сағат бойына 120 °C (200 кПа) жағдайында бумен заарсыздандырыш үшін берілген өндірушінің нұсқаулығын ұстанып қыздыру керек. Салқыннату, ашу және әр ыдыста сорғыш қалпакта санылау жасау керек. 1-ерітіндін сиымдылығы 100 см³ өлшемді құтыға сандық ауыстыру және белгіге дейін сумен араластыру керек (B.1.1-т қараныз). Барлық ерітілмеген материалдар ерітіндіге батқаннан кейін сынаулар таза сұйыктық кезеңінде жүргізіледі. Кейде гидролиз өнімдерін сұзу немесе үйірткілеу керек болады.

Ферментативті гидролиз, егер қысым астында өндеу кезінде осы тармақшада жоғарыда сипатталған әдістегідей нәтижелер алынса, қысым астында микро толқынды пеште жабық ыдыста жүргізіле алады.

Байқау үлгілеріне ұксас тәсілмен реактивтің бакылау бос сынамасының кем дегенде бір ерітіндісін корытынды көлемді солай араластырып, бірақ нақты үлгіні өткізіп дайындау керек.

С қосымшасы
(ақпараттық)

Параметрлердің анықталатын күйге келтірілу мысалдары

C.1 Жалпы ережелер

Түрлі өндірушілерден, сондай-ақ ескі мен жаңа ұлгілер арасында өлшеулер құралдары арасында үлкен айырмашылықтар болуы мүмкін. Бастапқы сынаулар кезінде өндірушілер ұсынатын жабдықтарды, температураларды пайдалану ұсынылады.

C.1 -кестесі- Анықталатын параметрлер күйлері

Элемент	Толқын ұзындығы, нм	Саңылау ені, нм	Күйдіру температура-сы, °C		Тозандату температура-сы, °C	
			түрлендірушімен	түрлендірусіз	түрлендіру шімен	түрлендірус із
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	1400/1300	1900	2200/2500
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
Sb	217,6	0,7	900	1200/1100	1900	1900/2400
Se	196,0	2,0	200	1000/900	2100	2100/2000
Tl	276,8	0,7	600	1000	1350	1650
V	318,4	0,7	1400	-	2650	-
Zn	213,9	0,7	600	1000/600	1300	2000

^a Екі балама химиялық түрлендіргіш ұсынылатын жағдайда температуралардың балама мөндері

Библиография

[1] ISO 15586-2:2003 Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace (Су сапасы. Графитті пешті пайдаланып атомды-абсорбциялық спектрометрия әдісімен элементтер болуын анықтау).

ӘОЖ 628.1:543.3(083.74)

МСЖ 13.060.50 IDT

Түйінді сөздер: су, элементтер, салмақтық шоғырлануды анықтау, атомды-абсорбциялық спектрометрия.



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

СТ РК 2214-2012

(ISO 15586:2003 *Water quality. Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace, MOD*)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» и техническим комитетом по стандартизации № 53 «Сертификация машиностроительной, металлургической, строительной продукции и услуг» ТОО «Технократ Плюс».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 16 октября 2012 года № 491-од.

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 15586:2003 «Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace» (Качество воды. Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта ISO 15586 имеется в Едином фонде технических регламентов и стандартов.

Степень соответствия – модифицированный (MOD).

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДICНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2018 год
5 лет**

ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты».

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГРАФИТОВОЙ ПЕЧИ

Дата введения 2013-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на поверхностные, грунтовые, питьевые, сточные воды и воды в донных отложениях и устанавливает методы определения массовой концентрации элементов Ag, Al, As, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V и Zn с использованием атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией в графитовой печи. Данный метод применяется для определения низкой концентрации элементов.

Минимальная концентрация обнаружения (порог обнаружения) для каждого элемента зависит от матрицы проб, инструмента, вида распылителя и использования химических модификаторов. Для проб воды с простой матрицей (например, низкой концентрации растворенного вещества и частиц) пределы обнаружения метода будут близки к пределу обнаружения чувствительности прибора. Минимальные приемлемые значения предела обнаружения для 20- μl (мкл) объема выборки приведены в Таблице 1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК ИСО 5667-1-2006 Качество воды отбор проб. Часть 1 Руководство по составлению программ отбора проб.

СТ РК ИСО 5667-6-2008 Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и ручьев.

ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения.

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры,

СТ РК 2214-2012

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 10157-79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия.

ГОСТ 11088-75 Реактивы. Магний нитрат б-водный. Технические условия.

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

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

ГОСТ 14836-82 Палладий в порошке. Технические условия.

ГОСТ 19241-80 Никель и низколегированные никелевые сплавы, обрабатываемые давлением. Марки.

ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ISO 5667-3* Water quality. Sampling. Part 3. Guidance on the preservation and handling of water samples (Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды).

ISO 5667-4* Water quality. Sampling; Part 4. Guidance on sampling from lakes, natural and man-made (Качество воды. Отбор проб. Часть 4. Руководство по отбору проб из естественных и искусственных озер).

ISO 5667-5* Water quality. Sampling. Part 5. Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems (Качество воды. Отбор проб. Часть 5. Руководство по отбору проб питьевой воды из очистных сооружений и трубопроводных распределительных систем).

ISO 5667-10* Water quality. sampling; part 10. guidance on sampling of waste waters (Качество воды. Отбор проб. Часть 10. Руководство по отбору проб из сточных вод).

ISO 5667-11* Water quality. Sampling. Part 11. Guidance on sampling of groundwaters (Качество воды. Отбор проб. Часть 11. Руководство по отбору проб грунтовых вод).

ISO 5667-15* Water quality. Sampling. Part 15. Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples (Качество воды. Отбор проб. Часть 15. Руководство по консервированию и обработке проб осадка и отложений).

ISO 15587-1* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 1. Aqua regia digestion (Качество воды. Гидролитичес-

кое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 1. Гидролитическое разложение в царской водке).

ISO 15587-2* Water quality. Digestion for the determination of selected elements in water. Part 2. Nitric acid digestion (Качество воды. Гидролитическое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 2. Гидролитическое разложение в азотной кислоте).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ При применении настоящего Стандарта пользователи должны быть ознакомлены с правилами эксплуатации лаборатории. Стандарт не предусматривает решений всех проблем, связанных с безопасностью. Сотрудник лаборатории должен соблюдать правила безопасности и охраны здоровья в соответствии с нормативными документами, действующими на территории Республики Казахстан.

Таблица 1 - Характерные массы, пределы обнаружения прибора и оптимальные диапазоны работы для проб воды при использовании 20- μl (мкл) объема выборки

Элемент	Характерная масса, m_0^{a} , пг	Порог обнаружения ^b $\mu\text{g/l}(\text{мкг/дм}^3)$	Оптимальный диапазон работы ^c $\mu\text{g/l}(\text{мкг/дм}^3)$
Ag	1,5	0,2	от 1 до 10
Al	10	1	от 6 до 60
As	15	1	от 10 до 100
Cd	0,7	0,1	от 0,4 до 4
Co	10	1	от 6 до 60
Cr	3	0,5	от 2 до 20
Cu	5 ^d	0,5	от 3 до 30
Fe	5	1	от 3 до 30
Mn	2,5	0,5	от 1,5 до 15
Mo	10	1	от 6 до 60
Ni	13	1	от 7 до 70
Pb	15	1	от 10 до 100
Sb	20	1	от 10 до 100
Se	25	2	от 15 до 150
Tl	10 ^d	1	от 6 до 60
V	35	2	от 20 до 200
Zn	0,8	0,5	от 0,5 до 5

^a Характерной массой (m_0) элемента является масса в пикограммах, соответствующая сигналу 0,0044 с , при использовании для оценки объединенного коэффициента поглощения (площадь пика).

^b Пороги обнаружения рассчитываются в качестве отклонения повторяющихся изменений нулевого раствора, умноженного на три.

^c Оптимальный диапазон работы определяется как интервал концентрации, соответствующий объединенным показаниям коэффициента поглощения между 0,05 с и 0,5 с.

^d Если используется поправка фона эффекта Зеемана, значение m_0 будет выше.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.

3 Сущность метода

Пробы воды консервируют кислотной обработкой, либо с применением ферментативного гидролиза. Пробы донных наносов перерабатываются. Малая аналитическая навеска раствора образца впрыскивается в графитовую печь атомно-абсорбционного спектрометра. Печь нагревают электрически, постепенно увеличивая температуру. Образец высушивают, пиролизируют и измельчают. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волн атомным паром определяемого элемента, образующимся в результате электротермической атомизации анализируемой пробы в графитовой печи спектрометра. Источник излучает свет, характерный для определенного элемента (или элементов). Когда луч света проходит через атомное облако в нагретой графитовой печи, свет избирательно поглощается атомами выбранного элемента (-ов). Уменьшение интенсивности света измеряется прибором обнаружения на характерной длине волн. Концентрация элемента в образце определяется посредством сравнения коэффициента поглощения образца и коэффициента поглощения градуировочного раствора. При необходимости препятствия могут быть преодолены путем добавления к образцам матричных модификаторов до начала анализа, либо путем осуществления градуировки со стандартным методом добавок.

Результаты даны в виде массы анализируемой пробы (микрограммы (μg) или миллиграмммы (mg)) на кубический дециметр воды, либо на килограмм сухого материала в осадочных отложениях.

4 Влияние веществ на результаты анализов

Некоторые растворы образца, особенно сточные воды и ферментативный гидролиз осадочных отложений, могут содержать большое количество веществ, которые влияют на результаты. Высокая концентрация хлорида может послужить причиной низких результатов, поскольку увеличивается испаряемость многих элементов, и в течение стадии пиролиза может произойти потеря анализируемого вещества. Матричный эффект может быть частично или полностью преодолен посредством оптимизации температурной программы, использования пиролитически покрытых труб и платформ, использования химических модификаторов, стандартного метода добавок и коррекции фона.

5 Реактивы

Для предварительной обработки образцов и подготовки растворов используются химические реактивы марки х.ч. или о.с.ч.

5.1 Вода, 1 категория, в соответствии с ISO 3696 ($\leq 0,01$ мсек/м).

Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная по

ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20298.

5.2 Азотная кислота, концентрированная, $c(\text{HNO}_3)=14,4$ моль/дм³, $\rho \approx 1,4$ кг/дм³ (65 %).

Кислота азотная ГОСТ 4461.

Возможно применение азотной кислоты с концентрацией при $\rho=1,40$ кг/дм³ (65 %) и при $\rho=1,42$ кг/дм³ (69 %). Оба варианта пригодны для использования в данном методе, обеспечивая этим минимальное содержание аналит-вещества.

5.3 Азотная кислота, $c(\text{HNO}_3)=7$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ воды (см.5.1) и приливают 490 см³ концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.4 Азотная кислота, $c(\text{HNO}_3)=1$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ воды (см.5.1) и приливают 70 см³ концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.5 Азотная кислота, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,1$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ воды (см.5.1) и приливают 7 см³ концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.5.1 Азотная кислота $c(\text{HNO}_3) \approx 0,3$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ воды (см.5.1) и приливают 21 см³ концентрированной азотной кислоты (см.5.2), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.6 Хлористоводородная кислота, концентрированная, $c(\text{HCl})=12,1$ моль/дм³, $\rho \approx 1,19$ кг/дм³ (37 %).

Кислота соляная ГОСТ 3118.

5.7 Хлористоводородная кислота, $c(\text{HCl}) \approx 6$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 400 см³ воды (см.5.1) и приливают 498 см³ концентрированной хлористоводородной кислоты (см.5.6), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.8 Хлористоводородная кислота, $c(\text{HCl}) \approx 1$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ воды (см.5.1) и приливают 83 см³ концентрированной хлористоводородной кислоты (см.5.6), доводят раствор водой (см.5.1) до метки и тщательно перемешивают.

5.9 Основной раствор, $\rho=1000$ мг/дм³.

Процедуры для подготовки основного раствора из металлов и солей металлов описаны в Приложении А. Основные растворы остаются устойчивыми примерно один год, либо согласно рекомендации производителя.

СТ РК 2214-2012

5.10 Стандартный раствор, $\rho=10 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

Необходимо перенести пипеткой 1000 мкл основного раствора (см.5.9) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавить 0,5 см³ концентрированной азотной кислоты (см.5.2) и довести раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешать.

Данный раствор может храниться 6 месяцев.

5.11 Стандартный раствор, $\rho=1 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

Используя пипетку, необходимо перенести 100 мкл основного раствора (см. 5.9) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавить 0,5 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 5.2) и довести раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешать.

Данный раствор может храниться 6 месяцев.

5.12 Стандартный раствор, $\rho=100 \text{ мкг}/\text{дм}^3$.

Используя пипетку, необходимо перенести 1000 мкл основного раствора 10 мг/дм³ (см. 5.10) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавить 0,5 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 5.2) и довести раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешать.

Данный раствор может храниться один месяц.

5.13 Градуировочные растворы.

Подготовка градуировочных растворов из стандартных растворов по 5.10 и 5.12.

Следующая процедура может использоваться в качестве примера:

Необходимо поместить группу градуировочных растворов, содержащих 2 мкг/дм³; 4 мкг/дм³; 6 мкг/дм³; 8 мкг/дм³ и 10 мкг/дм³ аналитического стандарта раствора 1 мг/дм³ (см. 5.11), соответственно пипетками 200 мкл, 400 мкл, 600 мкл, 800 мкл и 1000 мкл в мерные колбы вместимостью 100 см³. Добавить такое же количество кислоты в градуировочные растворы как указано в образцах. При необходимости охладить и разбавить растворы в мерных колбах водой (см. 5.1) до метки. Перемешать полученные растворы в колбах.

Градуировочные растворы ниже 1 мг/дм³ не должны использоваться более одного месяца, а ниже 100 мкг/дм³ - не более одного дня.

5.14 Холостые растворы.

Подготовить холостой градуировочный раствор таким же способом, как и градуировочные растворы, не добавляя стандартного раствора. Используется мерная колба вместимостью 100 см³. Необходимо добавить такое же количество кислоты в градуировочные растворы как указано в образцах. При необходимости охладить и разбавить водой (см.5.1).

5.15 Нитрат палладия/модификатор нитрата магния.

Раствор Pd(NO₃)₂ концентрации (10 г/дм³). В термостойкий стакан помещают 1,00 г порошкообразного палладия, и добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения

раствор фильтруют в мерной колбе вместимостью 100 см³ и промывают фильтр несколькими порциями раствора азотной кислоты концентрации 0,3 моль/дм³ и доводят объём раствора до метки.

0,259 г Mg(NO₃)₂ × 6H₂O растворяют в 100 см³ воды (см.5.1). Раствор нитрата палладия необходимо смешать с раствором нитрата магния. 10 мкл(μl) смешанного раствора содержит 15 мкг(μg) Pd и 10 мкг(μg) Mg (NO₃)₂.

Свежий раствор необходимо готовить каждый месяц.

Палладий металлический, порошок (99,94 %) по ГОСТ 14836.

Нитрат магния б-водный по ГОСТ 11088, ч.д.а.

5.16 Модификатор нитрата магния.

Необходимо растворить 0,865 г Mg(NO₃)₂ × 6H₂O в 100 см³ воды (см. 5.1). 10 мкл(μl) данного раствора содержит 50 мкг(μg) Mg(NO₃)₂.

5.17 Модификатор первичного кислого фосфорнокислого аммония.

Необходимо растворить 2 г NH₄H₂PO₄ в 100 см³ воды (см. 5.1). 10 мкл(μl) данного раствора содержит 200 мкг(μg) NH₄H₂PO₄.

Кислый фосфорнокислый аммоний по ГОСТ 3771.

5.18 Модификаторы первичного кислого фосфорнокислого аммония/нитрата магния.

Необходимо растворить 2 г NH₄H₂PO₄ и 0,173 г Mg(NO₃)₂ × 6H₂O в 100 см³ воды (см.5.1). 10 мкл(μl) данного раствора содержит 200 мкг(μg) NH₄H₂PO₄ и 10 мкг(μg) Mg(NO₃)₂.

5.19 Модификатор никеля.

Необходимо растворить 0,200 г никелевого порошка в 1 см³ концентрированной азотной кислоты (см.5.2) и разбавить 100 см³ воды (см. 5.1). 10 мкл(μl) данного раствора содержит 20 мкг(μg) Ni(NO₃)₂.

Никель по ГОСТ 19241.

5.20 Очищающий и защитный газ, Аргон (Ar) ($\geq 99,99 \%$)

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

6 Средства измерения и вспомогательное оборудование

Стакан термостойкий по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Пипетки по ГОСТ 29228.

Весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Сушильный шкаф (регулируемая температура нагрева до 250 °C).

Государственные стандартные образцы (далее ГСО) состава водных растворов элементов по ГОСТ 8.135.

ПРИМЕЧАНИЕ Вместо ГСО состава водных растворов индивидуальных элементов допускается использовать многокомпонентные ГСО состава водных

СТ РК 2214-2012

растворов элементов. При отсутствии в реестре государственной системы обеспечения единства измерений необходимых ГСО, допускается использовать аттестованные смеси элементов.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Аквадистилляторы одноступенчатый и двухступенчатый по ГОСТ 28165.

Обычная процедура общей очистки является необходимой для стекла и пласти массы:

- перед применением необходимо замочить оборудование на один день в азотной кислоте, $c \approx 1$ моль/дм³ (см. 5.4), либо в хлористоводородной кислоте, $c \approx 1$ моль/дм³ (см. 5.8);
- промыть водой (см. 5.1) три раза.

Снять части оборудования, состоящие из полиамида (например, винты и гайки в оборудовании для отбора проб), до замачивания оборудования в кислоте.

Принять необходимые меры предосторожности для того, чтобы оборудование, однажды использованное для образцов с высокой концентрацией металлов, не использовалось в будущем для образцов следовых элементов.

6.1 Контейнера для образцов воды, состоят из бутылок, сделанных из полипропилена, полиэтилена или фторированного этилен-пропилена (ФЭП).

Материал бутылок и чашек не должен содержать либо выщелачивать какие-либо аналит-вещества. Бутылки и чашки должны быть изготовлены из бесцветного материала.

Для определения концентрации на крайних следовых уровнях ($< 0,1$ мкг/дм³) необходимо очень точно следовать процедуре очистки, как описано ниже:

- a) прополоскать новые бутылки ацетоном для того, чтобы убрать возможные остатки жира. В ином случае может быть использовано подходящее дезинфицирующее средство;
- b) промыть водой (см. 5.1) несколько раз;
- c) замочить в хлористоводородной кислоте, $c \approx 6$ моль/дм³ (см. 5.7), на одну неделю, либо при температуре от 45 °C до 50 °C на 24 ч;
- d) промыть водой (см. 5.1) несколько раз;
- e) замочить в азотной кислоте, $c \approx 7$ моль/дм³ (см. 5.3), на одну неделю, либо при температуре от 45 °C до 50 °C на 24 ч;
- f) промыть водой (см. 5.1) несколько раз и перейти к лабораторной очистке;
- g) замочить в азотной кислоте, $c \approx 0,1$ моль/дм³ (см. 5.5), на одну неделю для того, чтобы подготовить бутылки к используемой матрице;
- h) промыть водой (см. 5.1) несколько раз;
- i) высушить под очищенным воздухом (бокс), если необходима сушка;
- j) храните очищенные бутылки в закрытых пластиковых пакетах.

Если указано, что нет необходимости использовать стадии с) и е), то одну из кислот можно исключить. В этом случае хлористоводородная кислота представляется более эффективной для полиэтилена и полипропилена, в то время как азотная кислота предпочтительней используется для ФЭП и стеклотары.

6.2 Контейнеры для образцов осадочных отложений, состоящие из контейнеров с широким горлом из пластмассы или стекла.

Для очистки контейнеров не обязательно использовать кислоты, достаточно промыть водой с дезинфицирующими средствами и ополоснуть деионизированной водой (см. 5.1).

6.3 Фильтровальное оборудование, сделанное из стекла или пластмассы без металлических деталей, очищенное так, как указывает общая процедура очистки в соответствии с Разделом 6.

6.4 Фильтры, мембранные либо капиллярные фильтры, с номинальным радиусом пор 0,45мкм и 0,4мкм соответственно.

Материал не должен выделять или впитывать аналит-вещества. Очищать фильтр в азотной кислоте, $c \approx 0,1$ моль/дм³ (см. 5.5), и промыть несколько раз водой (см. 5.1).

6.5 Агатовая ступка, для дробления осадочных отложений в мелкий порошок, ГОСТ 12801.

6.6 Пипетки, емкостью от 100 мкл(μl) до 1000 мкл(μl) по ГОСТ 29228.

Предпочтительно, если микро дозаторы будут изготовлены из бесцветной пластмассы, которая не содержит или не выделяет какие-либо аналит-вещества в раствор. Необходимо проверить, чтобы пипетки не загрязняли образцы. Перед использованием пипетки должны промываться раствором.

В зависимости от определяемого уровня концентрации, новые и повторно использованные пипетки могут быть очищены разбавленной кислотой. Например, очистка азотной кислотой, $c \approx 1$ моль/дм³ (см. 5.4), и ополаскивание водой (см. 5.1).

6.7 Атомно-абсорбционный спектрометр, оборудованный графитовой печью, оснащен системой коррекции фона и необходимыми лампами с полым катодом, с относительной погрешностью не более 1 %.

В качестве альтернативы могут быть использованы безэлектродные разрядные лампы.

Необходимо поместить вытяжную систему вентиляции над печью во избежание загрязнения воздуха производственного помещения вредным дымом и парами.

6.8 Автоматический пробоотборник, может быть использован для точности определения.

В зависимости от определяемых уровней концентрации новые чаши пробоотборника можно очистить разбавленной кислотой. Повторно используемые чаши нужно всегда промывать кислотой. К примеру, очистить

СТ РК 2214-2012

сосуды азотной кислотой, с ≈ 1 моль/дм³ (см. 5.4), и промыть водой (см. 5.1). Если они будут использоваться для нахождения ультра малых количеств ($<0,1$ мкг/дм³), то может оказаться необходимой стадия особой очистки посредством их наполнения кислотой такого же вида и такой же концентрации, как и в анализируемых образцах. Дать настояться как минимум 2 часа. Несколько раз промыть сосуд водой (см. 5.1).

6.9 Графитовые трубы, пиролитически покрыты платформами предпочтительно для элементов с высокой и средней летучестью, между тем как низколетучие элементы должны распыляться от стены.

При условии, что достигнуты удовлетворительные результаты, далее необходимо следовать рекомендациям производителя касательно использования графитовых трубок и платформ.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Допускается применение других типов средств измерений, оборудования и реагентов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Средства измерения, применяемые в сфере осуществления государственного метрологического контроля, должны быть допущены к применению в республике в соответствии с законодательством Республики Казахстан в области обеспечения единства измерений.

7 Отбор и предварительная обработка проб воды

7.1 Отбор проб

Отбор проб должен производиться в соответствии с СТ РК ISO 5667-1, СТ РК ISO 5667-6, ISO 5667-3, ISO 5667-4, ISO 5667-5, ISO 5667-10, ISO 5667-11 и ISO 5667-15.

Оборудование для отбора проб воды должно быть изготовлено таким образом, чтобы образец не соприкасался с изделиями из металла. Оно должно быть пластмассовым, не выделяющим аналит-вещества в образец, и должно быть пригодным для очистки в разбавленной хлористоводородной кислоте.

7.2 Предварительная обработка проб воды

7.2.1 Общие положения

Предварительная обработка и анализ образцов, в особенности с низкой концентрацией элементов, должны проводиться в «чистых лабораторных» условиях. «Чистый лабораторный» метод требует того, чтобы лаборатория была обеспечена очищенным воздухом, и чтобы образцы были постоянно защищены от загрязнений, возникающих из различных источников. В ряде случаев «чистые боксы» с отфильтрованным ламинарным потоком под слабым избыточным давлением могут быть использованы в качестве подходящего варианта.

Следовые элементы в пробах воды подвергаются анализу одним или

несколькими следующими способами:

а) сохраняемые посредством добавления кислоты (нефильтрованной). Сохранить образец путем добавления азотной кислоты. Частицы должны присутствовать в осадке до начала проведения анализа;

б) отфильтрованный (растворенный). Процедить образец через мембранный или капиллярный фильтр и консервировать отфильтрованный раствор посредством добавления азотной кислоты;

в) обработка кислотой. Обработать сохраненный образец азотной кислотой либо царской водкой.

До проведения анализа хранить сохраненные пробы воды при температуре от 1°C до 5°C в соответствии с ISO 5667-3.

7.2.2 Фильтрование

Фильтрование образцов является необходимым, если анализу подвергаются растворенные формы следовых малых элементов. Необходимо отфильтровать образец непосредственно после отбора проб и до сохранения. Не допускается применять оборудование, в котором образец может соприкасаться с металлическими деталями. Для уменьшения риска загрязнения фильтрование под давлением является предпочтительней вакуумного фильтрования.

Необходимо подготовить, как минимум, один раствор контрольного опыта посредством фильтрования (и сохранения) воды (см. 5.1) таким же способом, как и пробные образцы.

7.2.3 Консервация проб воды

Консервация проб воды в соответствии с ISO 5667-3. Для получения в образцах pH<2 добавьте 0,5 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 5.2) на 100 см³ образца. Для сохранения проб воды с высоким уровнем щёлочности может оказаться необходимым добавление большего количества кислоты. Важно, чтобы в образец было добавлено достаточно кислоты во избежание потери элемента через эффект поглощения. Зафиксируйте количество добавленной кислоты.

Предпочтительно сохранять образцы в лаборатории в чистой атмосфере во избежание рисков загрязнения. Для растворов холостых контрольных реагентов сохраняйте воду (см. 5.1) тем же способом, что и пробные образцы.

7.2.4 Анализ проб воды

Методы анализа проб воды с применением царской водки и азотной кислотой указаны соответственно в ISO 15587-1 и ISO 155-87-2. Поскольку хлористое соединение может вызвать сильные помехи в методе графитовой печи, рекомендуется анализ воды с применением азотной кислотой. Для некоторых элементов (например, Sb в данном Стандарте) азотная кислота не подходит и должна быть использована царская водка (смесь азотной и соляной кислот).

Подготовьте, как минимум, один раствор холостой пробы (см. 5.1) тем

СТ РК 2214-2012

же способом, что и пробные образцы. До начала проведения анализа расщепления необходимо довести объём пробы в мерной колбе до уровня водой (см. 5.1).

7.3 Предварительная обработка проб донных наносов

7.3.1 Хранение образцов донных наносов

Образцы проб донных наносов после отбора должны храниться в таре изготовителя (см. 6.2) в холодильнике, при необходимости заморозить для дальнейшей обработки (см. ISO 5667-15).

Если анализ проводится на сухом образце, предпочтительней высушить образец сублимацией, либо в ином случае сушить его при температуре 105 °C в течение 24 ч. Растолочь высушенный образец в агатовой ступке (см. 6.5), при необходимости гомогенизировать и просеять.

Высушенные наносы являются водопоглощающими и при хранении будут впитывать влагу. Образцы, высушенные сублимацией, содержат несколько процентов воды. Необходимо контролировать содержание воды путем высушивания навески при температуре 105 °C до начала расщепления и проведения анализа.

7.3.2 Расщепление образцов донных наносов проводится согласно Приложению В.

8 Химические модификаторы

Химические модификаторы используются для преодоления спектральных и неспектральных помех в образце (матричный эффект).

Посредством измерения образца с помощью, либо без добавления аналит-вещества и посредством сравнения степени восстановления аналит-вещества с градуировочной смесью, часто можно выявить наличие неспектральных помех. Для того чтобы убедиться в эффективности работы с модификатором, такая же процедура повторяется посредством добавления выбранного химического модификатора.

В общем плане целью химического модифицирования является возможность достижения достаточно высокой температуры пиролиза с целью устранения массы загрязнителей до начала стадии распыления. Сочетание Pd и Mg(NO₃)₂ считается универсальным модификатором, используемым для многих элементов. Сочетание Pd с реактивом-восстановителем, например, аскорбиновой кислотой, часто используется вместо Pd/Mg(NO₃)₂. Фоновое поглощение обычно бывает высоким с Mg(NO₃)₂. Также используются прочие модификаторы. Некоторые из них (например, соединения никеля) могут оказаться негодными, поскольку содержат элементы, которые часто присутствуют на установленном оборудовании и могут вызвать загрязнение печи. В Таблице 2 даны некоторые рекомендации по химическим модификаторам для элементов в

Международных стандартах. Могут использоваться прочие химические модификаторы, если они показывают достоверные результаты.

Если используются химические модификаторы, необходимо добавить их в пробные образцы, растворы холостых контрольных реактивов, растворы холостых проб, калибровочные растворы и холостые калибровочные растворы. Для достижения рекомендуемой дозировки по Таблице 2 необходимо добавить 10 мкЛ(μl) раствора модификатора. Предпочтительней впрыскивать раствор модификатора непосредственно в распылитель автоматического пробоотборника после того, как будет введен образец.

Таблица 2 - Рекомендуемые химические модификаторы

Элемент	Химические модификаторы (5.15 до 5.19)	Величина, мкг ^a
Ag	Pd + Mg(NO ₃) ₂ или NH ₄ H ₂ PO ₄	15 + 10 200
Al	Pd + Mg(NO ₃) ₂ или Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 50
As	Pd + Mg(NO ₃) ₂ или Ni (в качестве нитрата)	15 + 10 20
Cd	Pd + Mg(NO ₃) ₂ или NH ₄ H ₂ PO 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	Не требуется модификатора	-
Ni	Mg(NO ₃) ₂	50
Pb	Pd + Mg(NO ₃) ₂ либо NH ₄ H ₂ PO ₄ + Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 200 + 10
Sb	Pd + Mg(NO ₃) ₂ либо Ni (в качестве нитрата)	15 + 10 20
Se	Pd + Mg(NO ₃) ₂ либо Ni (в качестве нитрата)	15 + 10 20
Tl	Pd + Mg(NO ₃) ₂	15 + 10
V	Не требуется модификатора	-
Zn	Pd + Mg(NO ₃) ₂ или Mg(NO ₃) ₂	15 + 10 6

^a Величины являются рекомендательными. В некоторых распылителях требуется значительно меньшее количество. См. также рекомендации от производителей приборов.

9 Составление программы работы графитовой печи

Составление программы графитовой печи приведено в Приложении С.

Температурная программа для графитовой печи обычно включает в себя четыре стадии:

СТ РК 2214-2012

- a) высушивание;
- b) пиролиз (сухая перегонка);
- c) распыление;
- d) очистка.

Предпочтительно в начале использовать температуру и периодичность испытания при эксплуатации печи, рекомендованные производителем. Необходимо остановить подачу аргона во время стадии распыления.

Необходимо всегда использовать коррекцию фона.

Могут быть использованы переменные длины волн (с различной чувствительностью). Например, для нагрузки может быть использована длина волны 217,00 нм, когда чувствительность в два раза больше, чем при 283,3 нм. Однако шум будет больше и сильнее риска помех. В случае высокой концентрации может быть использована длина волны с более низкой чувствительностью, например, 307,6 нм для Zn и 271,9 нм или 305,9 нм - для Fe.

Для оценки рекомендуется объединенная поглощаемость (площадь пика).

10 Градуировка растворов

10.1 Метод стандартной градуировки

Производить градуировку необходимо с нулевого градуировочного раствора (см. 5.14) и от 3 до 5 равноудаленных градуировочных растворов (см. 5.13) для соответствующего интервала концентрации. Необходимо подчеркнуть, что прямолинейность градуировочной кривой часто ограничена.

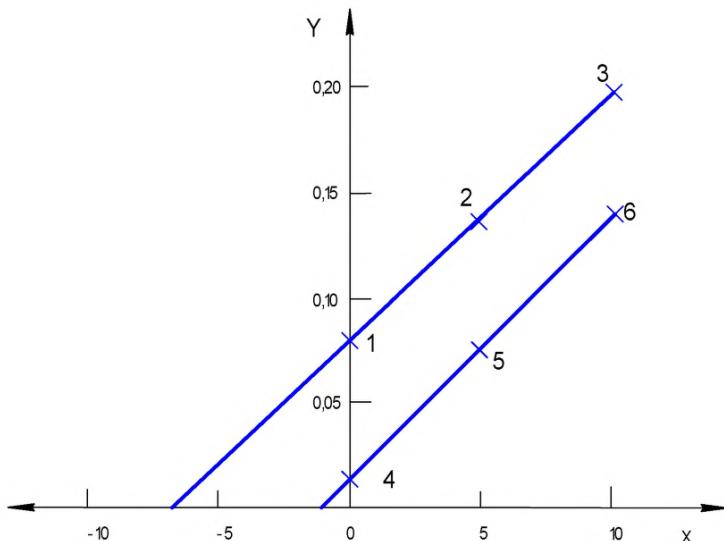
Значения поглощающей способности градуировочного раствора корректируются путем вычитания значения поглощающей способности из нулевого градуировочного раствора. Для нанесения на график градуировочной кривой, либо для расчета статистической характеристики, используются итоговые значения вместе с концентрацией аналит-вещества градуировочного раствора.

10.2 Стандартный метод добавления

Для уменьшения воздействия неспектральных помех, когда не используется химическая модификация либо не устраняется эффект матрицы, может применяться стандартный метод добавления, при условии, что градуировочная кривая вытянута в линию в используемом диапазоне поглощаемости. Стандартный метод добавления не может быть использован для корректировки спектральных помех, таких как нехарактерное фоновое поглощение, и не должен использоваться, если помехи меняют сигнал более чем на три значения.

Подготовка одинаковых объемов пробных образцов проводится в трёх

сосудах (например, чаши автоматического пробоотборника). Добавляется небольшое количество стандартного раствора в два сосуда так, чтобы получить соответствующие значения поглощения, которые на 100% и 200% выше, чем те, которые ожидаются от исходного образца. Добавляется равное количество воды (см.5.1) в третий сосуд. Необходимо тщательно смешать растворы. Объединенная поглощаемость измеряется по ординате, как приведено на Рисунке 1. Таким же образом определяется концентрация аналит-вещества в растворе холостого контрольного реактива, либо в растворе холостой пробы. На Рисунке 1 концентрация аналит-вещества в пробном образце равна $6,67 \text{ мкг}/\text{дм}^3$, а в растворе холостой пробы равна $0,36 \text{ мкг}/\text{дм}^3$.



- Х - увеличение ($\text{мкг}/\text{дм}^3$);
 Y - объединенная поглощаемость;
 1 - раствор пробного образца;
 2 - раствор пробного образца + 5 $\text{мкг}/\text{дм}^3$;
 3 - раствор пробного образца + 10 $\text{мкг}/\text{дм}^3$;
 4 - раствор контрольной пробы;
 5 - раствор контрольной пробы + 5 $\text{мкг}/\text{дм}^3$;
 6 - раствор контрольной пробы + 10 $\text{мкг}/\text{дм}^3$.

Рисунок 1 - Пример стандартного увеличения функции калибровки

11 Расчеты

11.1 Результаты для воды

Необходимо вычитать значения концентраций аналит-вещества в растворе пробного образца, растворе холостого контрольного реагента и растворе контрольной пробы из значения концентрации градуировочной кривой, либо рассчитать из градуировочной функции. Коррекция концентрации аналит-вещества в растворе пробного образца проводится путем вычитания концентрации аналит-вещества раствора в холостом контролльном реагенте либо растворе контрольной пробы.

При необходимости проводится поправка на стадии разбавления раствора.

Результаты записываются в микрограммах на кубический дециметр ($\text{мкг}/\text{дм}^3$). Для пробных образцов, для которых нет различимых сигналов, приводят результаты как «предел обнаружения».

11.2 Результаты для донных отложений

Необходимо вычитать значения концентраций аналит-вещества в растворе пробного образца и растворе контрольной пробы из градуировочной кривой, либо рассчитать из значений концентрации градуировочной функции. Корректирование концентрации аналит-вещества проводится в растворе пробного образца путем вычитания концентрации аналит-вещества в растворе контрольной пробы.

Содержание аналит-вещества пробных образцов рассчитывается при проведении испытания на сухом материале по следующей Формуле 1:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{drs}), \quad (1)$$

либо при проведении испытания на основе влажного образца по Формуле 2:

$$W_{s,dm} = \rho_{digs}(V_{digs}/m_{ws}w_{dm,ws}) \times 100, \quad (2)$$

где $W_{s,dm}$ - это содержание аналит-вещества в образце, выраженное в миллиграммах на килограмм ($\text{мг}/\text{кг}$) сухого вещества;

ρ_{digs} - это концентрация аналит-вещества, выраженная в микрограммах на кубический дециметр ($\text{мкг}/\text{дм}^3$) обработанного образца, скорректированного для раствора контрольной пробы;

V_{digs} - это объем, выраженный в кубических сантиметрах обработанного образца после разбавления;

m_{drs} - это масса, выраженная в миллиграммах сухого образца;

m_{ws} - это масса, выраженная в миллиграммах влажного образца;

$w_{dm,ws}$ - это содержание сухого вещества во влажном образце, выраженное в процентном содержании.

Результаты для донных отложений записываются в миллиграммах на килограмм ($\text{мг}/\text{кг}$). Для пробных образцов, для которых нет обнаруживаемого

сигнала, записываются результаты как «предел обнаружения».

12 Точность определений

Межлабораторные испытания были представлены в 2002 году, они включали в себя образцы природной воды, сточной воды, выпаренных донных остатков и высушенных гомогенизированных озерных осадочных отложений. Все образцы были отправлены и проанализированы в двух экземплярах. Результаты для Fe, Mn и Al не сообщаются для проб донных наносов, поскольку уровни концентрации находились далеко за пределами оптимального диапазона работы для метода, и очень малое количество лабораторий сообщило результаты. Железо и сурьма в сточных водах и выпаренные донные отложения были определены тремя лабораториями. Таким образом, полная статистическая оценка не возможна (см. Таблицу 3).

Таблица 3 - Рабочие характеристики метода, основанные на международном лабораторном сравнении в марте 2002 года

Анализируемый элемент	Образец	п	о	$X_{истинная}$ мкг/ дм^3	X мкг/ дм^3	Восстановление, %	Повторность, Коэффициент вариации, %	Воспроизводимость, Коэффициент вариации, %
Ag	SL	9		0,8	1,00	126	8,2	53,1
	SH	9		7,2	8,13	113	3,6	22,9
	FWL	5	1		0,774		8,2	56,9
	FWH	9			5,92		5,0	33,0
	WW	7	1		3,43		8,8	32,0
	Dig	9			1,00		14,0	69,0
	Sed	4	1		0,172 ^a		6,5	27,1
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			170		6,6	46,2
	FWH	11			193		5,4	44,0
	WW	4	2		147		3,9	40,3
As	SL	7	2	9	9,00	100	2,8	14,1
	SH	9	2	81	77,5	96	2,7	10,5
	FWL	9			8,74		7,4	25,2
	FWH	1			68,6		3,6	17,8
	WW	4	1		11,6		4,0	35,9
	Dig	8	1		74,4		4,2	26,9
	Sed	7	1		16,3 ^a		3,8	26,2
Cd	SL	3	1	0,3	0,303	101	3,5	17,0
	SH	4	2	2,7	2,81	104	1,9	10,7
	FWL	1	2		0,572		2,9	14,9
	FWH	1	3		3,07		2,1	10,4
	WW	7	2		1,00		3,1	27,5
	Dig	9	2		48,7		2,2	14,8
	Sed	7	3		9,53 ^a		3,5	17,0

Таблица 3 (продолжение)

Анализируемый элемент	Образец	n	o	X _{истинная} мкг/ дм ³	X мкг/ дм ³	Восстановление, , %	Повтор- ность, Коэффици- ент вариа- ции, %	Воспроизво- димость, Коэффици- ент вариации, %
Co	SL	3		5,5	5,71	104	3,1	8,5
	SH	2	2	49,5	50,6	102	1,0	7,9
	FWL	3			4,23		9,0	14,8
	FWH	3	1		40,5		2,6	10,6
	WW	0			11,6		7,0	32,9
	Dig	1			337		1,6	12,2
	Sed	0			68,0 ^a		1,8	15,4
Cr	SL	1	3	1,9	1,91	101	7,5	12,4
	SH	4	1	17,1	17,5	102	2,0	7,9
	FWL	3	1		1,95		7,7	24,7
	FWH	3	2		14,0		2,0	7,3
	WW	7	4		3,91		4,2	40,5
	Dig	9			246		3,7	8,7
	Sed	8	3		51,3 ^a		1,3	21,7
Cu	SL	8	1	2,5	2,60	104	8,1	13,2
	SH	9	1	22,5	23,0	102	3,8	5,6
	FWL	9			2,37		6,4	15,4
	FWH	0	1		29,8		2,3	7,2
	WW	1	1		5,08		10,0	30,3
	Dig	0	2		216		2,1	9,0
		12	1		43,9 ^a		4,0	18,1
Fe	SL	5	1	3	4,43	148	9,0	33,0
	SH	7		27	27,0	100	3,4	13,8
	FWL	7			98,3		2,4	9,9
	FWH	6			116		1,6	11,2
Mn	SL	8		1,5	1,71	114	4,4	30,0
	SH	0		13,5	14,5	108	2,0	15,3
	FWL	8	1		5,47		2,7	22,5
	FWH	0			17,7		3,2	14,6
	WW	5			100		4,3	13,8
Mo	SL	6		4,5	5,69	126	4,6	23,8
	SH	7		40,5	44,3	109	2,8	14,0
	FWL	4			5,76		11,5	13,7
	FWH	6			29,4		3,9	12,7
	WW	5			10,8		5,6	60,2
	Dig	6			12,0		9,5	88,4
	Sed	4			2,84 ^a		2,6	73,7
Ni	SL	0		6	5,92	99	3,5	15,0
	SH	0		54	53,6	99	2,0	8,8
	FWL	7	1		3,11		11,7	24,0
	FWH	9			33,2		2,5	9,1
	WW	5	1		11,4		4,1	27,5
	Dig	4	2		294		2,4	6,8

Таблица 3 (продолжение)

Анализируемый элемент	Образец	n	o	$X_{истинная}$ мкг/ дм^3	X мкг/ дм^3	Восстановление, %	Повторность, Коэффициент вариации, %	Воспроизведимость, Коэффициент вариации, %
Ni	Sed	2	3		58,9 ^a		1,6	7,6
Pb	SL	0	2	5	5,07	101	3,1	12,8
	SH	4	3	45	46,5	103	1,8	8,8
	FWL	2			7,76		8,5	17,2
	FWH	3	1		68,2		2,8	15,0
	WW	5	2		14,6		5,5	36,9
	Dig	9			541		3,1	14,7
	Sed	9	1		104 ^a		3,4	14,5
Sb	SL	5		8	7,39	92	3,3	17,9
	SH	7		72	66,9	93	3,4	13,8
	FWL	5			5,78		4,9	21,2
	FWH	7			52,7		3,1	6,6
Se	SL	0		12	11,9	99	5,7	23,0
	SH	1		108	109	101	3,7	21,9
	FWL	0	1		10,2		5,9	13,4
	FWH	11			85,2		2,9	20,8
	WW	8			16,0		9,8	25,6
	Dig	4	1		4,94		7,7	39,5
	Sed	3	1		0,887 ^a		0,7	21,7
Tl	SH	5	-	36	37,0	103	6,6	19,9
	FWL	3			4,20		3,4	40,6
	FWH	5			27,7		3,0	40,7
	Sed	3			0,928 ^a		6,3	34,2
V	SL	5		15	15,1	101	1,2	15,9
	SH	5		135	138	102	1,4	12,4
	FWL	3			12,3		8,4	11,1
	FWH	5			83,8		2,3	13,1
	WW	3			50,0		1,1	56,4
	Dig	5			330		1,6	17,3
	Sed	4			63,0 ^a		6,0	19,2
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			5,99		6,5	30,4
	WW	4			120		2,0	7,0
	Dig	3			1373		3,0	25,0
	Sed	4			233 ^a		1,6	23,4

п - это количество обособленных индивидуальных аналитических значений;

о - это количество высчитывающих значений;

$X_{истинное}$ - это «истинное» значение по определению;

X - это общее среднее число;

CV - это коэффициент вариации;

SL - это синтетический раствор при низкой концентрации;

СТ РК 2214-2012

SH - это синтетический раствор при высокой концентрации;
FWL - это пресная вода при низкой концентрации;
FWH - это пресная вода при высокой концентрации;
WW - это сточные воды, обработанные участниками;
Dig - это осадочные отложения, обработанные HNO_3 ;
Sed - это пробы донных наносов, обработанные участниками.

^aРезультаты для сухой пробы донных наносов в мкг/г.

13 Результаты испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- а) обозначение и наименование настоящего Стандарта;
- б) методы испытаний образцов;
- в) информацию о предварительной обработке образца (например, сохраненные посредством добавления кислоты (нефильтрованной), отфильтрованные (растворенные) либо обработанные кислотой);
- г) количество добавленной для сохранения кислоты, если более $0,5 \text{ см}^3$ на 100 см^3 образца;
- д) информацию о методе расщепления;
- е) результаты по образцам воды и осадков;
- ж) дату отбора образцов и испытания;
- з) условия проведения испытаний.
- и) наименование организации (испытательной лаборатории) проводившей данные испытания.

Приложение А
(информационное)

Подготовка основного раствора, 1000 мг\дм³

A.1 Общие положения

Все химические реагенты (чистые металлы, оксиды, соли) должны быть высушены в течение 1 ч при температуре 105 °C, за исключением особо указанных случаев.

Количество металлов и соответствующих солей металлов для подготовки основного раствора приведено в Таблице А.1.

Таблица А.1 - Количество металлов и металлических солей для подготовки основного раствора

Элемент	Состав	Формула	Вес (г)
Ag	Металл	Ag	1,000
Al	Металл	Al	1,000
As	Триоксид мышьяка	As ₂ O ₃	1,320
Cd	Металл ^a	Cd	1,000
Co	Металл ^a	Co	1,000
Cr	Триоксид хрома	CrO ₃	1,923
Cu	Металл ^b	Cu	1,000
Fe	Металл ^b	Fe	1,000
Mn	Металл	Mn	1,000
Mo	Триоксид молибдена	MoO ₃	1,500
Ni	Металл	Ni	1,000
Pb	Нитрат свинца	Pb(NO ₃) ₂	1,599
Sb	Металлический порошок	Sb	1,000
Se	Диоксид селена	SeO ₂	1,405
Tl	Нитрат таллия	TlNO ₃	1,303
V	Металл ^a	V	1,000
Zn	Металл ^a	Zn	1,000

^a Кислота очищенная с (1+9) HNO₃

^b Кислота очищенная с (1+1) HCl

A.2 Основные растворы

A.2.1 Основной раствор серебра (Ag)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г серебра, добавляют 80 см³ азотной кислоты (1:1) и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки. Хранят раствор в сосуде из темного стекла, либо необходимо обмотать сосуд алюминиевой фольгой во избежание попадания света.

СТ РК 2214-2012

A.2.2 Основной раствор алюминия (Al)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г алюминия, добавляют 4 см³ хлористоводородной кислоты (1:1) и 1 см³ концентрированного раствора азотной кислоты. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, добавляют 10 см³ хлористоводородной кислоты (1:1) и доводят водой объём раствора в колбе до метки.

A.2.3 Основные растворы мышьяка (As) и молибдена (Mo)

В термостойкие стаканы помещают смесь из 1,32 г триоксида мышьяка или 1,5 г триоксида молибдена, добавляют в каждый стакан 100 см³ воды и 10 см³ концентрированного раствора аммиака. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения оксидов металлов. Повышают кислотность основного раствора мышьяка добавлением 20 см³ концентрированного раствора азотной кислоты. После охлаждения растворы переносят в мерные колбы вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стаканы водой, в которых проводилось растворение навесок, и доводят ею объёмы растворов в колбах до меток.

A.2.4 Основные растворы: кадмия (Cd), кобальта (Co), меди (Cu), марганца (Mn), ванадия (V) и цинка (Zn)

В термостойкие стаканы помещают навески металлов согласно Таблице А.1, добавляют в каждый стакан 50 см³ азотной кислоты (1:1). Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения растворы переносят в мерные колбы вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стаканы водой, в которых проводилось растворение навесок, и доводят ею объём раствора в колбах до меток.

A.2.5 Основной раствор хрома (Cr)

В термостойком стакане растворяют 1,923 г триоксида хрома, добавив 120 см³ раствора азотной кислоты (1:5). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан, в котором проводилось растворение навески, водой и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

A.2.6 Основной раствор железа (Fe)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г железа, добавляют 100 см³ раствора хлористоводородной кислоты (1:1). Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

A.2.7 Основной раствор никеля (Ni)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г никеля, добавляют 20 см³

раствора концентрированной азотной кислоты. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.8 Основной раствор *свинца* (Pb)

В термостойкий стакан помещают 1,599 г нитрата свинца, добавляют 20 см³ раствора азотной кислоты (1:1). Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.9 Основной раствор *сурьмы* (Sb)

В термостойкий стакан помещают 1,00 г металлического порошка сурьмы, добавляют 20 см³ азотной кислоты (1:1) и 10 см³ концентрированной хлористоводородной кислоты. Добавляют 100 см³ воды и 1,50 г винной кислоты. Нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения смеси. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, несколько раз ополаскивают стакан водой, в котором проводилось растворение навески, и доводят ею объём раствора в колбе до метки.

А.2.10 Основной раствор *селена* (Se)

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 1,405 г диоксида селена, добавляют 200 см³ воды, растворяют смесь, перемешивая её, затем доводят водой объём раствора в колбе до метки.

А.2.11 Основной раствор *таллия* (Tl)

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 1,303 г нитрата таллия, добавляют 200 см³ воды, растворяют соль, перемешивая её, затем добавляют 10 см³ концентрированного раствора азотной кислоты, доводят водой объём раствора в колбе до метки.

Основные составы должны готовиться и храниться отдельно, их рекомендуется хранить год.

Приложение В
(обязательное)

Гидролиз образцов донных наносов

B.1 Реактивы

B.1.1 Вода, Класс 1 указан в ISO3696 ($\leq 0,01 \text{ мСм/м}$)

Важно проверить качество воды до ее использования.

B.1.2 Азотная кислота, концентрированная, $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ моль/дм}^3$,
 $p \approx 1,40 \text{ кг/дм}^3$ (65 %)

B.1.3 Азотная кислота, $c(\text{HNO}_3) \approx 7 \text{ моль/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 500 см^3 воды (см.5.1) и приливают 490 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 5.2), доводят раствор водой (см. 5.1) до метки и тщательно перемешивают

B.1.4 Хлористоводородная кислота, концентрированная, $c(\text{HCl}) = 12,1 \text{ моль/дм}^3$, $p \approx 1,19 \text{ кг/дм}^3$ (37 %)

B.1.5 Хлористоводородная кислота, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ моль/дм}^3$

Один объем концентрированной хлористоводородной кислоты (см. B.1.4) добавляют к одному объему воды (см. B.1.1) при перемешивании.

B.2 Оборудование

B.2.1 Сосуды для ферментативного гидролиза, состоят из бесцветных бутылок, сделанных из боросиликатного стекла либо из стекла равноценного качества, емкостью около 100 см^3 и оснащенными закручивающимися крышками.

Бутылки и закручивающиеся крышки должны выдерживать давление 200 кПа (120° С).

B.2.2. Паровой стерилизатор, способный работать под давлением 200 кПа (120° С).

B.3 Ферментативный гидролиз

B.3.1 Сущность метода

Необходимо взвесить пробу донных отложений. Добавить азотную кислоту, либо хлористоводородную (соляную) и азотную кислоту (царская водка) и обработайте образцы в закрытых сосудах под давлением (при 120 °C). Необходимо провести заключительное определение на жидкой стадии.

Поскольку хлорид может вызвать проблемы, давая сильные помехи в методе графитовой печи, то рекомендуется гидролиз азотной кислотой. Для некоторых элементов (например, Sb в настоящем Стандарте) азотная кислота является непригодной и должна быть использована царская водка.

B.3.2 Ферментативный гидролиз азотной кислотой

Точно взвешенное количество образца, максимум 1 г сухого материала, либо эквивалентное количество влажного образца необходимо перенести в сосуд для ферментативного гидролиза (см. B.2.1), добавляя 20 см^3 азотной кислоты, $c \approx 7 \text{ моль/дм}^3$ (см. B.1.3). Затем необходимо плотно закрыть колбу

и нагреть при 120 °C (200 кПа) в течение 1 ч, следуя инструкциям производителя, данным для парового стерилизатора. Охладить, открыть и сделать в каждом сосуде отверстие в вытяжном колпаке. Количественно перенести раствор 1 в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавить до метки водой (см. В.1.1). Как только все нерастворенные материалы погружаются в растворе, испытания проводятся на стадии чистой жидкости. Иногда необходимо отфильтровывать либо центрифугировать продукты гидролиза.

Ферментативный гидролиз также может проводиться в закрытых сосудах в микроволновой печи под давлением, если во время обработки под давлением получаются такие же результаты, как в вышеописанном методе в данном подпункте.

Необходимо подготовить как минимум один раствор контрольной холостой пробы реагтива таким же способом, что и пробные образцы, также разбавляя конечный объем, но пропуская фактический образец.

В.3.3 Ферментативный гидролиз царской водкой

Необходимо перенести точно взвешенное количество образца, максимум 1 г сухого материала либо эквивалентное количество влажного образца во флягу для обработки (см. В.2.1). Добавить 15 см³ хлористоводородной (соляной) кислоты, с ≈ 6 моль/л (см. В.1.5), затем 5 см³ азотной кислоты, с ≈ 7 моль/дм³ (см. В.1.3). Обязательно образец должен отстоять, пока видимая реакция не остановится. Необходимо плотно закрыть флягу для гидролиза и нагреть при 120 °C (200 кПа) в течение 1 ч, следуя инструкциям производителя и данным для парового стерилизатора. Охладить, открыть и сделать в каждом сосуде отверстие в вытяжном колпаке. Количественно перенести раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавить до метки водой (см. В.1.1). Как только все нерастворенные материалы погружаются в растворе, испытания проводятся на стадии чистой жидкости. Иногда необходимо отфильтровывать, либо центрифугировать продукты гидролиза.

Ферментативный гидролиз также может производиться в закрытых сосудах в микроволновой печи под давлением, если во время обработки под давлением получаются такие же результаты, как в вышеописанном методе в данном подпункте.

Необходимо подготовить как минимум один раствор контрольной холостой пробы реагтива таким же способом, что и пробные образцы, также разбавляя конечный объем, но пропуская фактический образец.

Приложение С
(информационное)

Примеры определяющих настроек параметров

C.1 Общие положения

Могут существовать большие различия между измерительными приборами от различных производителей, а также как между старыми и новыми моделями. Рекомендуется использовать температуру, предлагаемую производителями оборудования при первоначальных испытаниях.

Таблица С.1 - Определяющие настройки параметров

Элемент	Длина волны, нм	Ширина зазора, нм	Temperatura пиролиза, °C		Temperatura распыления, °C	
			С модификатором	Без модификатора ^a	С модификатором	Без модификатора ^a
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	1400/1300	1900	2200/2500
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
Sb	217,6	0,7	900	1200/1100	1900	1900/2400
Se	196,0	2,0	200	1000/900	2100	2100/2000
Tl	276,8	0,7	600	1000	1350	1650
V	318,4	0,7	1400	-	2650	-
Zn	213,9	0,7	600	1000/600	1300	2000

^a Альтернативные значениями температуры для случаев, когда рекомендовано два альтернативных химических модификатора

Библиография

[1] ISO 15586-2:2003 Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace (Качество воды. Определение содержания элементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи).

УДК 628.1:543.3(083.74)

МКС 13.060.50 IDT

Ключевые слова: вода, элементы, определение массовой концентрации, атомно-абсорбционная спектрометрия.

Басуға _____ ж. кол қойылды. Пішімі 60x84 1/16 Қағазы оғсеттік.

Қаріп түрі «Times New Roman»

Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана.

Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау жөне сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік
кәсіпорны

010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй

«Эталон орталығы» ғимараты

Тел.: 8(7172) 240074, 793324